Aus der Abteilung für klinische Prothetik-Süd
(Leiter: Professor Dr. med. dent. Karl Eichner)
der Poliklinik für zahnärztliche Prothetik
des Fachbereiches Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde
der Freien Universität Berlin

MECHANISCHE UND MIKROMORPHOLOGISCHE UNTERSUCHUNGEN VON LÖTUNGEN AN EDELMETALLREDUZIERTEN LEGIERUNGEN FÜR METALLKERAMISCHEN ZAHNERSATZ

Dissertation
zur
Erlangung der zahnmedizinischen Doktorwürde
am Fachbereich Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde
der Freien Universität Berlin

vorgelegt von
Zahnarzt Helmut Andreas Tonndorf
aus Güstrow

Berlin 1985

Aus der Abteilung für klinische Prothetik-Süd
(Leiter: Professor Dr. med. dent. Karl Eichner)
der Poliklinik für zahnärztliche Prothetik
des Fachbereiches Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde
der Freien Universität Berlin

MECHANISCHE UND MIKROMORPHOLOGISCHE UNTERSUCHUNGEN VON LÖTUNGEN AN EDELMETALLREDUZIERTEN LEGIERUNGEN FÜR METALLKERAMISCHEN ZAHNERSATZ

Dissertation
zur
Erlangung der zahnmedizinischen Doktorwürde
am Fachbereich Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde
der Freien Universität Berlin

vorgelegt von
Zahnarzt Helmut Andreas Tonndorf
aus Güstrow

Berlin 1985

Referent: Professor Dr. med. dent. Karl Eichner

Korreferent: Professor Dr. phil. Heinrich Newesely

Gedruckt mit Genehmigung des Fachbereiches Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde der Freien Universität Berlin

Promoviert am: 3.6.1985

In Dankbarkeit

meinen Eltern

und meiner Familie

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41549619_0068

Inhaltsverzeichnis

		Seite
1.	Einleitung	9
2.	Allgemeiner Teil	11
2.1.	Das Löten	11
2.1.1.	Ofen- und Flammenlötung	12
2.1.2.	Der Lötvorgang	13
2.2.	Die Bedeutung des Lötens im zahnärztlichen Bereich unter besonderer Berücksichtigung aufbrennfähiger edelmetallreduzierter Dentallegierungen	15
2.3.	Literaturübersicht	18
3.	Spezieller Teil - eigene Untersuchungen	22
3.1.	Verwendete Dentallegierungen	24
3.1.1.	Deva 4	25
3.1.2.	Degubond 4	26
3.1.3.	Herador P	27
3.1.4.	Degulor M	28
3.1.5.	Wironit	29
3.1.6.	Übersicht der chemischen Zusammensetzung der Legierungen von 3.1.1. bis 3.1.4.	30
3.2.	Lote	31
3.3.	Herstellung der Prüfkörper	33
3.3.1.	Herstellung der Edelmetall-Prüfkörper	33
3.3.2.	Herstellung der CrCoMo-Prüfkörper	37

Seite

3.4. Das Vorbereiten der zu lötenden Prüfkörper 38

3.4.1. Trennen der gegossenen Prüfkörper 38

3.4.2. Fixieren der getrennten Prüfkörper 38

3.4.3. Einbetten der fixierten Prüfkörper 39

3.5. Lötverfahren 40

3.5.1. Gußwerkstoff/Lot-Systeme 42

3.5.2. Vorversuche - Abänderungen 44

3.6. Zugversuche 46

3.7. Ergebnisse der Zugversuche 50

3.7.1. Wironit-Prüfkörper, unverlötet 51

3.7.2. Degulor M-Prüfkörper, unverlötet 52

3.7.3. Deva 4 - Prüfkörper, unverlötet 53

3.7.4. Degubond 4 - Prüfkörper, unverlötet 54

3.7.5. Herador P - Prüfkörper, unverlötet 55

3.7.6. Deva 4/Deva 4, Unilot 1 56

3.7.7. Deva 4/Deva 4, Unilot 2 57

3.7.8. Deva 4/Degulor M, Unilot 2 58

3.7.9. Deva 4/Wironit, Lot L 750 59

3.7.10. Degubond 4/Degubond 4, Unilot 1 60

3.7.11. Degubond 4/Degubond 4, Unilot 2 61

3.7.12. Degubond 4/Degulor M, Unilot 2 62

3.7.13. Degubond 4/Wironit, Lot L 750 63

3.7.14. Herador P/Herador P, Herador Lot 3 64

3.7.15. Graphische Zusammenfassung der Ergebnisse der Zugversuche 65

		Seite
3.8.	Metallographische Untersuchungen	69
3.8.1.	Herstellung der Schliffe und Ätzungen	69
3.8.2.	Licht- und rasterelektronenmikroskopische Betrachtungen	70
3.9.	Lötungen von Deva 4 und Degubond 4 gegen Wironit	75
3.9.1.	Lötungen von Deva 4/Wironit mit Lot L 750	76
3.9.2.	Lötungen von Degubond 4/Wironit mit Lot L 750	78
4.	Diskussion	81
5.	Klinische Schlußfolgerungen	89
6.	Zusammenfassung	90
7.	Bildanhang	91
8.	Schrifttum	107
9.	Lebenslauf	113

1. Einleitung

Aus vielerlei Gründen erweist es sich in der Zahnmedizin als notwendig, Edelmetall-Legierungen, edelmetallreduzierte und Nichtedelmetall-Legierungen miteinander zu verbinden, sei es, um keramisch verblendete Kronen miteinander oder mit einer Gußkrone zu vereinen, sei es, um teleskopierende Kronen mit einem Modellguß zusammenzubringen. Auch das Anbringen von Geschieben und anderen Verbindungselementen ist notwendig.

Als Methode der Wahl wird in allen Fällen, in denen nicht in einem Stück gegossen werden kann, gelötet. In dieser Arbeit soll der Frage nachgegangen werden, ob sich die für die Keramikverblendung geeigneten edelmetallreduzierten Legierungen Deva 4, Degubond 4 und Herador P durch Löten so mit sich selbst, mit der Edelmetallegierung Degulor M und der Nichtedelmetall-Legierung Wironit verbinden lassen, daß die Anwendung im zahnärztlich-prothetischen Bereich problemfrei möglich ist.

Es sollen Lötverfahren zur Anwendung kommen, die nach dem keramischen Brand eingesetzt werden. Die zu diesem Zweck gegossenen Prüfkörper werden getrennt und wie folgt miteinander verlötet:

Deva 4 mit 4 verschiedenen Legierungs-Lot-Systemen

Degubond 4 mit 4 verschiedenen Legierungs-Lot-Systemen

Herador P gegen Herador P

Deva 4 und Degubond 4 gegen Wironit.

Um zu einer Aussage über die Qualität der Lötungen zu kommen, werden sowohl Zugfestigkeitsprüfungen als auch metallographische Untersuchungen durchgeführt.

2. Allgemeiner Teil

2.1. Das Löten

(DIN-Blatt 8505)

Definiert ist das Löten als ein Verfahren zur Verbindung metallischer Werkstücke mit Hilfe eines Zulegemetalles, des Lotes. Die zu verbindenden Metalle verbleiben im Festzustand, da die Löttemperatur unterhalb ihrer Schmelztemperatur liegt. Lediglich das verwendete Lot wird geschmolzen und benetzt so die Oberfläche der Grundmetalle (6, 29) und diffundiert in diese hinein. Idealerweise wird dabei das homogene Gefüge des Kristallgitters nicht gestört, und die Grenze ist somit makro- und mikroskopisch nicht zu erkennen (24). Eine Grenze ist nur bei inhomogenem Lot sichtbar.

Unterschieden werden

1. das Weichlöten mit Loten unter einem Schmelzpunkt von 325°C und
2. das Hartlöten mit Loten über einem Schmelzpunkt von 500°C.

Bis auf wenige Ausnahmen wird das Weichlöten in der Zahntechnik nicht verwendet. Bei dieser Lötmethode resultiert ein inhomogenes Kristallgefüge, dessen Korrosionsanfälligkeit für die spätere Verwendung im Munde ungeeignet ist. "Lot" als altdeutsches Wort für Blei hat so die Definition für Weichlöten (unterhalb des Schmelzpunktes von Blei 325°C) gegeben (17).

Das Hartlöten ergibt ein homogenes Kristallgefüge, es ist fester und korrosionsbeständig.

In beiden Fällen müssen die zu verlötenden Werkstücke auf die Fließtemperatur des Lotes gebracht werden (Arbeitstemperatur).

Grundsätzlich muß beim Verarbeiten von aufbrennfähigen Legierungen beachtet werden, ob vor oder nach dem keramischen Brand verlötet werden soll.

Wenn beispielsweise Brückenteile vor dem keramischen Aufbrand verlötet werden, muß der Lotschmelzpunkt über der Temperatur liegen, die beim Brennen der Keramikmasse auf das Metall einwirkt, also höher als 940 bis 980 °C, jedoch auch etwa 100 °C unter dem Soliduswert des Grundwerkstoffes. Wird dies nicht beachtet, kann die Lötung beim keramischen Brand aufschmelzen, oder der Grundwerkstoff verformt sich. Werden einzelne verblendete Kronen miteinander verlötet, sollte die Schmelztemperatur des Lotes 850 °C nicht überschreiten.

2.1.1. Ofen- und Flammenlötung

Um die zum Löten notwendigen Temperaturen zu erreichen, lassen sich zwei unterschiedliche Methoden anwenden:

1. Die Ofenlötung
2. Die Flammenlötung

Die Ofenlötung ist nur für das Löten nach dem keramischen Brand einsetzbar, da die Maximaltemperatur der Öfen nicht die für die Verarbeitung hochschmelzender Lote notwendigen Temperaturen erreicht. Die gesteuerte Temperaturführung und die gleichmäßige Erwärmung der zu verlötenden Objekte läßt diese Technik für die in der Einleitung umrissenen Lötaufgaben geeignet erscheinen.

Die Flammenlötung erlaubt gezielte Erhitzung der Lötstellen und gibt dem immer zum Heißeren schießenden Lot eine Fließrichtung. Andererseits ist die Temperatur nicht genau dosierbar und so ein Überhitzen des Lotes möglich.

2.1.2. Der Lötvorgang

Allen Lötverfahren gemeinsam ist die Oxidbildung an den zu verlötenden Oberflächen. Hierunter versteht man die Oxidation der Metall-Legierungen mit Luftsauerstoff vor oder während des Lötens. Metalloxide der unedlen Legierungsbestandteile schwächen die Lötstelle oder verhindern eine Lötung ganz, da ein Benetzen der Grundmetalle nicht stattfinden kann. Um dieser Metalloxidbildung vorzubeugen, werden nach Säuberung der Lötstelle sogenannte Flußmittel auf die Metalloberflächen gegeben. Dies sind nichtmetallische Substanzen, die auf der Oberfläche des Metalles vorhandene Oxide lösen und die Bildung neuer Oxide verhindern. Es ist wichtig, daß pastöse Flußmittel vor dem Schmelzpunkt des Lotes verflüssigt sind, damit dem Lot Platz gemacht wird (2).

Die Form des Lötspaltes selbst ist ebenfalls von Bedeutung für die Qualität der Lötung. Die zu verlötenden Flächen sollten planparallel zueinander sein, ihr Spalt sollte 0,05 bis 0,20 mm betragen (2, 17, 29). Bei zu breitem oder V-förmigem Spalt kann das Lot unter Lunkerbildung erstarren. Lunker sind Schwindungshohlräume, die durch die Kontraktion des Lotes beim Erstarren entstehen. Sofern sie oberflächlich liegen, bieten sie später Retentionsnischen für Nahrungsmittelreste, Bakterien und Mineralien und können Ursache für Verfärbungen an der Lotnaht im Munde sein (29), liegen sie innerhalb der Lötung, schwächen sie den Metallverbund.

Die Oberflächen der zu verlötenden Metalle sollen weiterhin metallisch blank, aber nicht poliert, und fettfrei sein. Eine zu glatte Oberfläche erschwert das Benetzen der Grundmetalle durch das Lot. Beim Erhitzen müssen die Grundmetalle auf die Arbeitstemperatur des Lotes gebracht werden. Unter der Arbeitstemperatur wird diejenige Temperatur verstanden, bei der das Lot die Oberfläche der zu verbindenden Metalle benetzen kann. Sie liegt zwischen dem Solidus- und dem Liquiduspunkt.

Soliduspunkt: Temperatur, bei der eine Metall-Legierung zu schmelzen beginnt bzw. nach dem Abkühlen aus dem flüssigen Zustand wieder völlig erstarrt ist.

Liquiduspunkt: Temperatur, bei der eine Metall-Legierung vollkommen flüssig ist bzw. nach dem Abkühlen aus dem flüssigen Zustand wieder zu erstarren beginnt.

Sind die zu verlötenden Metalle kälter als die Arbeitstemperatur des Lotes, kann das Lot die Oberfläche nicht benetzen, es kugelt vor dem Lötspalt. Bei exakter Temperaturführung schießt das Lot in den Lötspalt, es wird von kapillarem Fülldruck gesprochen, und eine schmale Legierungszone bildet sich aus (14, 15, 29).

In der Regel sind jeder Dentallegierung vom Hersteller mindestens zwei Lote mit unterschiedlichen Arbeitstemperaturen zugeordnet (29). In dieser Arbeit sollen Lote mit niedriger Arbeitstemperatur Verwendung finden.

2.2. Die Bedeutung des Lötens im zahnärztlichen Bereich unter besonderer Berücksichtigung aufbrennfähiger edelmetallreduzierter Dentallegierungen

Ganz allgemein wird im zahnärztlich-prothetischen Bereich gelötet, um Kronen miteinander zu verbinden, Geschiebe zu befestigen, eine Verbindung zwischen Kronen und Modellgüssen herzustellen und dergleichen.
Das Löten aufbrennfähiger Dentallegierungen vor dem keramischen Brand ist ohne Schwierigkeiten möglich. Es werden hoch-

schmelzende Lote verwendet, deren Arbeitstemperatur weit oberhalb der Temperaturen liegt, bei denen der keramische Brand erfolgt, z. B. Degubond-Lot Ul mit einer Arbeitstemperatur von 1120°C.

Nun kommt es aber vor, daß aus Gründen von Paßungenauigkeiten nach dem keramischen Brand einzelne, bereits verblendete Teile festsitzenden Zahnersatzes abgetrennt und wieder angelötet werden müssen. Außerdem sind distal stehende Gußkronen als Brückenanker aus normalen EM-Legierungen an keramisch verkleidete Brückenzwischenglieder anzulöten. Die Lötung muß nach dem keramischen Brand durchgeführt werden, ebenso, wenn keramisch verblendete Außenteleskope an einen Modellguß angelötet werden sollen (19, 23).

Alle diese Lötungen nach dem keramischen Brand müssen bei Temperaturen unterhalb der Brenntemperatur der Keramik (940 bis 980°C) durchgeführt werden, damit diese nicht Form- und Farbveränderungen erleidet. Es bedeutet eine besondere Schwierigkeit, die Lötverbindung einerseits so fest und homogen zu erzielen, daß sie den Kräften der Kaumuskulatur sowie den Krafteinwirkungen bei der Nahrungszerkleinerung standhält, andererseits Schäden an der Keramik zu vermeiden. Diese Schwierigkeit resultiert aus der weit höheren Solidustemperatur der Grundmetalle zu der Arbeitstemperatur des Lotes: Die aufbrennfähigen edelmetallreduzierten Dentallegierungen werden bei 1050°C bis 1300°C flüssig, das Lot für Lötungen nach dem keramischen Brand bei 750°C bis 850°C.

Temperaturen über 900°C dürfen nicht erreicht werden, um die Keramik nicht zu gefährden. Auf Grund der differenten Temperaturen stellen sich folgende Fragen: Inwieweit läßt sich eine hochschmelzende Metall-Legierung überhaupt von einem viel "kälteren" Lot benetzen? Ist diese Lötung haltbar?

Weiterhin stellt sich bei Lötungen von aufbrennfähigen Dentallegierungen, insbesondere bei aufbrennfähigen, edelmetallreduzierten Dentallegierungen die Frage nach der Wirkung der Oxidschicht an der Lötfläche und deren Beseitigung. Jede übermäßige Oxidbildung an der Lötfläche, die durch ein Flußmittel nicht abgebaut wird, muß die Bindungszone Grundmetall/Lot beeinflußen.

Den aufbrennfähigen Dentallegierungen sind oxidbildende Metalle beigegeben, sogenannte "Haftoxidbildner". Vornehmlich sind es die Elemente Indium, Zinn, Eisen und Zink. Während des Brennvorganges sammeln sich die Oxide dieser Elemente an der Grenzschicht Metall/Keramik an und diffundieren in die keramischen Massen, was aus Untersuchungen von EICHNER zu schließen ist (9).

Selbstverständlich bilden sich diese Oxide auch während der Wärmebehandlung im Lötofen an den zu verlötenden Flächen, dies ganz besonders bei den edelmetallreduzierten aufbrennkeramischen Legierungen. Bei diesen Legierungen sind zum Ersatz des Goldes die Anteile der Elemente Palladium, Indium,

Zinn, Gallium und Silber erhöht (20). Palladium, Indium, Gallium und Zinn haben eine hohe Affinität zum Luftsauerstoff und bilden sehr schnell eine die Benetzung durch das Lot verhindernde Oxidschicht (9, 20) auf dem Grundmetall. Diese Oxidschicht muß entweder durch ein besonders leistungsfähiges Flußmittel beseitigt werden oder durch eine entsprechend kurze Wärmeeinwirkzeit an der Entstehung gehindert werden.

2.3. Literaturübersicht

Von den im Schrifttum angegebenen Details sollen folgende erwähnt werden:

DIN 8505 (6) unterscheidet beim Löten in Spaltlöten bis zu einer Lötspaltbreite von 0,5 mm und in Fugenlöten bei einer Lötfugenbreite von mehr als 0,5 mm. Der kapillare Fülldruck, den Lötspalten zwischen 0,1 bis 0,4 mm Breite auf das Lot ausüben, nimmt mit zunehmender Spaltbreite ab (DEGUSSA - 2), (ZIMMERMANN - 31).

WAGNER (29) fordert metallisch blanke Lötflächen, was durch Feilen und Schleifen erreicht wird, da das Flußmittel nur dünne Oxidschichten zu entfernen in der Lage ist, nicht aber Fett und Einbettmassenreste. Riefen und Schleifspuren an der Metalloberfläche (ZIMMERMANN - 31) sollen in Schußrichtung des Lotes verlaufen, sie vergrößern damit die Haftoberfläche für das Lot, aber auch die oxidbildende Fläche.

Da das Werkstück beim Löten erhitzt wird, muß der Wärmeausdehnung und seinem Einfluß auf die Lötspaltbreite Aufmerksamkeit geschenkt werden. Nach ZIMMERMANN (31) hat dies Einfluß auf den kapillaren Fülldruck, insbesondere beim Verlöten von artungleichen Legierungen. So kann der Lötspalt kleiner als 0,05 mm, aber auch größer als 0,2 mm werden. Um dem zu begegnen, sollen Löteinbettmassen die gleiche thermische Expansion wie die eingebetteten Legierungen aufweisen. Ferner ist es wichtig, spezielle Löteinbettmassen mit gröberem Korn der Quarzkomponente zu verwenden, damit eine bessere und schnellere Erhitzung des eingebetteten Lötobjektes möglich wird (HEHRING - 11).

PRSKAWETZ (24) fordert ein dicht unter der zu verlötenden Legierung liegendes Lot-Schmelzintervall, damit eine gute Diffusion zwischen Lot und Legierung stattfindet; sie ist die entscheidende Komponente für die Qualität einer Lötung. Gleichmäßige Erwärmung der Lötstelle und ihrer Umgebung wird angestrebt, da das Lot immer zum Wärmeren schießt (WAGNER - 29, PRSKAWETZ - 24). Die DEGUSSA (2) empfiehlt, die Löttemperatur so niedrig wie möglich zu halten, um so einer Oxidbildung im Bereich der Lötspalte zu begegnen.

Wenn das Grundmetall auf die Arbeitstemperatur des Lotes gebracht wird, benetzt jedes Lot die metallisch blanken und sauberen Teile, ein irreversibler Vorgang, bei dem es zu einer Legierungsbildung an den Grenzschichten Grundwerkstoff/ Lot kommt (ZIMMERMANN - 31). Das Lot muß genügend dünnflüs-

sig sein, um in den Lötspalt zu gelangen, und nach dem Einschießen noch kurze Zeit glühend gehalten werden, um durch Diffusion ins Grundmetall diese Legierungsbildung zu ermöglichen (PRSKAWETZ - 24).

Zum Ineinanderdiffundieren von Lot und Grundmetall ist Artgleichheit und Ähnlichkeit von Grundlegierung und Lotlegierung notwendig (PRSKAWETZ - 24, ZUKUNFT - 33); um artungleiche Legierungen wie Edelmetallegierungen und CrCoMo-Legierungen aneinanderzulöten, empfiehlt ELBRECHT (10) ein Vorschwemmen von Weißgoldlot an den CrCoMo-Teil. KLUGE (19) behauptet, daß zwischen Lot und Nichtedelmetallegierung nur eine gute Klebewirkung zustandekommt, da das Lot artfremd ist und nicht der CrCoMo-Legierung entspricht. Bei artungleichen Legierungen können beim Löten keine Mischkristalle entstehen (WIEGAND - 30).

EICHNER (9) gibt für aufbrennkeramische Legierungen an, daß ein etwa 150°C betragender Schmelzpunktunterschied zur Brenntemperatur der keramischen Massen (940 bis 980°C) bestehen soll. Da diese Legierungen vor und nach dem keramischen Brand lötbar sein müssen, entsteht mithin eine über 300°C-Differenz zwischen dem Schmelzintervall der Legierung und dem Schmelzpunkt des Lotes, das nach dem keramischen Brand verwendet wird. Da sich beim Brand der keramischen Massen die Elemente Indium, Zinn, Eisen, Zink, mitunter auch Aluminium und Magnesium an der Metalloberfläche durch Oxidbildung ansammeln, sind hier an die Flußmittel hohe Anforderungen gestellt.

Für aufbrennkeramische Legierungen wird von KOLLMANNSPERGER (20), insbesondere aufgrund der Unedelmetallzusätze, die ausschließliche Verarbeitung von neuem Metall empfohlen. Wenn bereits einmal vergossenes Metall verwendet werden muß, so soll mindestens ein Drittel, besser zwei Drittel neues Metall hinzugegeben werden (MARX - 22). Die Veränderung der Elementverteilung in der Legierung muß in Grenzen gehalten werden.

Die Festigkeit von Lötverbindungen erreichen nicht die mechanischen Eigenschaften des Grundwerkstoffes, da Lote eine geringere Eigenfestigkeit und einen niedrigeren Schmelzpunkt haben. So erfolgt die Trennung bei mechanischer Beanspruchung fast immer im Lot. In Nähe der Lötflächen/Diffusionsschichten herrscht höhere Festigkeit als im Lot, da hier Legierungen mit veränderten Korngrößen entstanden sind (WIEGAND - 30).
Untersuchungen von Lötungen u.a. an edelmetallreduzierten Legierungen lassen keine statistisch signifikanten Aussagen zu, weil ihre Qualität erhebliche Streuungen zeigen (EICHNER - 8, KLAGGES - 18, KOPPE-GRÜNDT - 21). Die Ausführungen von STOFFEL (27) weisen auf Korrosionserscheinungen an gelöteten Brücken aus edelmetallreduzierten Legierungen hin. Auch in der Verarbeitung geübte Zahntechniker geben Zweifel an der Qualität der Lötungen an, insbesondere bei Verwendung von hochpalladiumhaltigen Legierungen (VITA - 28).

3. Spezieller Teil - eigene Untersuchungen

Grundsätzlich lassen sich edelmetallhaltige und Legierungen aus Nichtedelmetall für zahnärztliche Verwendungsbereiche unterscheiden. Die edelmetallhaltigen Legierungen hatten schon im Altertum eine gewisse Bedeutung erlangt.

Vorwiegend bestanden zahnärztliche Edelmetall-Legierungen aus sog. "Karat-Gold", also einem Gemisch mit hohem Feingoldanteil, meist 20 Karat 833 °/oo Gold-29. Die Goldlegierungen enthielten außerdem Silber und Kupfer, zu denen um die Jahrhundertwende das Platin hinzukam. Anfangs verwendete man den Platinzusatz aus Ersparnisgründen. WAGNER (29) entdeckte die homogene Aushärtung der Platingolde. Bei der Herstellung der Platingolde wurde man somit in die Lage versetzt, das homogene Gefüge einer Legierung vom flüssigen Zustand in den festen ohne spezielle Maßnahmen zu übertragen.

Mit Entwicklung der Metallkeramik mußten neue Metallegierungen entwickelt werden, die die guten Eigenschaften der bekannten und verwendeten Edelmetalle aufwiesen und auch den keramischen Massen Halt zu bieten in der Lage waren (9). Dies wurde durch Zusatz von unedlen Legierungsbestandteilen erreicht. Diese sog. Oxidbildner waren jedoch lötungserschwerend. Außerdem sollten die Metalle für die Metallkeramik vor und nach dem keramischen Brand lötbar sein.

Die Notwendigkeit einer weiteren Reduzierung des Edelmetall-

anteiles dieser Legierungen brachten die KZBV-Richtlinien vom Januar 1982. Aus Ersparnisgründen wurden edelmetallreduzierte Legierungen entwickelt.

Vollkommen edelmetallfrei sind die sog. Nichtedelmetallegierungen, die ebenfalls den Anforderungen in der Mundhöhle gerecht werden müssen. Diese Legierungen gibt es für die Metallkeramik und für den Modellguß. Letztere ist auf die Entdeckung des Göttinger Physikers TAMMAN zurückzuführen, der 1908 von der ungewöhnlichen Härte und Sprödigkeit einer Kobalt-Chrom-Legierung berichtete. Die Legierung wurde in den Jahren 1929 bis 1932 von ERDLE und PRANGE, zwei amerikanischen Forschern, modifiziert, für die Zahnheilkunde anwendbar gemacht und als "Vitallium" auf den Markt gebracht. Sie war Grundlage aller partiellen, skelettierten Gußprothesen, die bis dahin nur aus Edelmetall-Legierungen angefertigt werden konnten (10, 33). Der Molybdänanteil, der später hinzukam, diente der Stabilisierung des Metallgefüges bei unterschiedlichen Gußbedingungen.

3.1. Verwendete Dentallegierungen

In dieser Arbeit werden die edelmetallreduzierten aufbrennfähigen Legierungen

Deva 4,

Degubond 4,

Herador P,

die hochgoldhaltige Gußlegierung

Degulor M

und die CrCoMo-Legierung

Wironit

verwendet. Zur Charakterisierung dieser Legierungen sollen in den nachstehenden Abschnitten chemische Zusammensetzung und mechanisch-physikalische Werte angegeben werden.

Die Legierungen Deva 4, Degubond 4 und Herador P sind selbstvergütend, wenn man sie nach dem Löten langsam an der Luft abkühlen läßt. Sie erreichen so etwa 90 % ihrer Endhärte (4, 12). Eine weitere Härtesteigerung ist möglich, wenn die Gußobjekte für weitere 15 Minuten bei einer Temperatur von 500°C im Ofen gehalten werden und dann an Luft abkühlen. Man bezeichnet dies als Aushärtung. Weiche Gußobjekte erhält man, wenn nach 15 minütigem Glühen bei 800°C in Wasser abgeschreckt wird.

3.1.1. Deva 4

Deva 4 ist eine silberfreie, extraharte Aufbrennlegierung und im Sinne der KZBV-Richtlinien eine edelmetallreduzierte Legierung, weil der Anteil an Gold unter 75% liegt. Die chemische Zusammensetzung und physikalischen Eigenschaften zeigen die Tabellen 1 und 2:

	Gold + Platinmetalle	Au	Ag	Unedle
	%	%	%	%
Deva 4	89,8	51,1	-	10,2

Tab. 1: Chemische Zusammensetzung der Legierung Deva 4 in %-Massengehalt (Degussa-Werksangaben), (3)*

	Zugfestigkeit		Bruchdehnung		Schmelzintervall
	N/mm²		%		°C
	w	a	w	a	
Deva 4	625	710	23	18	1315 bis 1235

Tab. 2: Mechanisch/physikalische Werte der Legierung Deva 4 (Degussa-Werksangabe), (3)
w bedeutet weich, a ausgehärtet

* siehe auch unter 3.1.6.

3.1.2. Degubond 4

Degubond 4 ist eine silberhaltige, extraharte Aufbrennlegierung und, im Sinne der KZBV-Richtlinien, eine edelmetallreduzierte Legierung. Der Goldgehalt liegt bei 50%, er ist bei den Aufbrennlegierungen nach unten hin nicht begrenzt.
Die chemische Zusammensetzung und physikalischen Eigenschaften zeigen die Tabellen 3 und 4:

	Gold + Platinmetalle	Au	Ag	Unedle
	%	%	%	%
Degubond 4	78,7	49,6	17,5	3,8

Tab. 3: Chemische Zusammensetzung der Legierung Degubond 4 (Degussa- Werksangabe) (3) *

	Zugfestigkeit		Bruchdehnung		Schmelzintervall
	N/mm²		%		°C
	w	a	w	a	
Degubond 4	590	720	11	9	1280 bis 1160

Tab. 4: Mechanisch/physikalische Werte der Legierung Degubond 4 (Degussa-Werksangabe), (3)
w bedeutet weich, a ausgehärtet

* siehe auch unter 3.1.6.

3.1.3. Herador P

Herador P ist eine silberfreie, extraharte Aufbrennlegierung und im Sinne der KZBV-Richtlinien eine edelmetallreduzierte Legierung.
Die Werksangabe für die chemische Zusammensetzung und die physikalischen Werte zeigen die Tabellen 5 und 6, sie sind nicht ausführlich genug.

	Gold + Platinmetalle	Au	Ag	Unedle
	%	%	%	%
Herador P	90	keine Angaben*		

Tab. 5: Chemische Zusammensetzung der Legierung Herador P (Heraeus-Werksangabe), (12)

	Zugfestigkeit N/mm²		Bruchdehnung %		Schmelzintervall °C
	w	a	w	a	
Herador P	640	720	13	9	1270 bis 1135

Tab. 6: Mechanisch/physikalische Werte der Legierung Herador P (Heraeus-Werksangabe), (12)
w bedeutet weich, a ausgehärtet

* siehe auch unter 3.1.6.

3.1.4. Degulor M

Degulor M ist eine hochgoldhaltige, extraharte Dentallegierung von gelber Farbe. Sie ist für die Metallkeramik nicht geeignet; sie wird in die Untersuchungen einbezogen, weil sie für das Löten häufig infrage kommt.
Die chemische Zusammensetzung und physikalischen Werte zeigen die Tabellen 7 und 8:

	Gold + Platinmetalle	Au	Ag	Unedle
	%	%	%	%
Degulor M	76,5	70	13,5	10,0

Tab. 7: Chemische Zusammensetzung der Legierung Degulor M (Degussa-Werksangabe),(3) *

	Zugfestigkeit		Bruchdehnung		Schmelzintervall
	N/mm²		%		°C
	w	a	w	a	
Degulor M	520	740	30	17	970 bis 900

Tab.8: Mechanisch/physikalische Werte der Legierung Degulor M (Degussa-Werksangabe), (3)
w bedeutet weich, a ausgehärtet

* siehe auch unter 3.1.6.

3.1.5. Wironit

Wironit ist eine Chrom-Kobalt-Molybdän-Legierung, extrahart, für die Herstellung von Modellgußprothesen geeignet. Sie wird in die Untersuchungen einbezogen, weil an sie gelegentlich keramikverblendete Kronen angelötet werden. Die chemische Zusammensetzung und physikalischen Werte zeigen die Tabellen 9 und 10:

	Co	Cr	Mo	Si	(Rest)
	%	%	%	%	%
Wironit	64,0	28,0	5,0	0,5	2,5

Tab. 9: Chemische Zusammensetzung der Legierung Wironit (Bego-Werksangabe-1)

	Zugfestigkeit	Bruchdehnung	Schmelzintervall
	N/mm²	%	°C
Wironit	884	6,2	1350 bis 1320

Tab. 10: Mechanisch/physikalische Werte der Legierung Wironit (Bego-Werksangabe-1)

3.1.6. Übersicht der chemischen Zusammensetzung der Legierungen von 3.1.1. bis 3.1.4.

In Ergänzung zu den von den Herstellern gemachten Angaben über die chemische Zusammensetzung der Legierungen ist hier eine qualitativ-quantitative Untersuchung von P. KOLLMANNSPERGER, Berlin, auszugsweise wiedergegeben, die sich eines wellenlängendispersiven, röntgenanalytischen Verfahrens bediente:

	Deva 4	Degubond 4	Herador P	Degulor M
Gew.-	%	%	%	%
Au	53,02	52,53	47,40	71,42
Pt	0,24	0,23	< 0,10	4,40
Ir	0,38	0,20	0,23	< 0,10
Sn	< 0,10	2,74	2,63	< 0,10
In	8,62	< 0,10	4,56	< 0,10
Ag	-	16,38	-	12,38
Pd	36,66	27,36	42,98	1,62
Ga	1,22	0,49	2,00	< 0,10
Zn	-	< 0,10	-	1,06
Cu	< 0,10	< 0,10	< 0,10	9,00
Ni	< 0,10	< 0,10	-	-
Fe	-	-	< 0,10	-
Ti	-	-	-	-
Si	< 0,10	< 0,10	< 0,10	< 0,10
Summe	100,14	99,93	99,80	99,88

Tab. 11: WDS.-Analyse der Legierungen Deva 4, Degubond 4, Herador P, Degulor M (P. KOLLMANNSPERGER u. a. - 20)

3.2. Lote

Zur Anwendung kommen nur Lote, die von den Herstellern der edelmetallreduzierten Dentallegierungen für diese speziell zum Löten nach dem keramischen Brand empfohlen werden:

Für das Untereinander-Verlöten der Legierungen Deva 4, Degubond 4 und Degulor M werden die Lote Unilot 1 und Unilot 2 der Firma Degussa (s. Tabelle 12) verwendet.

	Au	Platinmetalle	Ag	Unedle	Arbeits-temperatur °C
Unilot 1	72	2	16	10	820
Unilot 2	73	2	13	12	760

Tab. 12: Chemische Zusammensetzung und Arbeitstemperatur der Degussa-Lote Unilot 1 und Unilot 2
Degussa-Werksangabe

Für die Lötkombinationen Deva 4/Wironit und Degubond 4/Wironit wird das Lot L 750 von der Firma Heraeus verwendet. Dieses Lot soll die Eigenschaft besitzen, Edelmetallegierungen mit CrCoMo-Legierungen zu verbinden, ohne daß ein Vorschwemmen des CrCoMo-Teiles mit Weißgoldlot notwendig ist (s. Tabelle 13).

Zum Verlöten der Legierung Herador P von der Firma Heraeus wird das Herador Lot 3 verwendet. Der Hersteller empfiehlt in seinen Verarbeitungshinweisen unterschiedliche Lote:

Herador Lot 3, AT 800°C,

Maingold Lot III, AT 750°C,

Herador Lot 2, AT 800°C.

Die Entscheidung für Herador Lot 3 fiel aufgrund der Lotempfehlung in der Original-Packung der Gußplättchen. Angaben zum Herador Lot 3 finden sich in Tabelle 13.

	Au	Ag	Pd	Cu	Zn	In	Mn	Arbeits-temp. °C
Herador Lot 3	38,0	36,7	-	25,0	0,3	-	-	800
Lot L 750	42,0	24,4	3,1	16,5	4,0	7,0	3,0	750

Tab. 13: Chemische Zusammensetzung und Arbeitstempertur der Heraeus-Lote Herador Lot 3 und L 750
Heraeus-Werksangabe

3.3. Herstellung der Prüfkörper

Zur Herstellung der Prüfkörper werden in Wachs vorgeformte Modelle verwendet, die nach dem Einbetten restlos aus der Gußküvette ausgetrieben werden können.

Um die Gleichmäßigkeit und Reproduzierbarkeit der vorgesehenen Zugfestigkeitsprüfungen zu gewährleisten, wird bei der Prüfkörperherstellung DIN 13906 zugrunde gelegt (s. Abbildung 1).

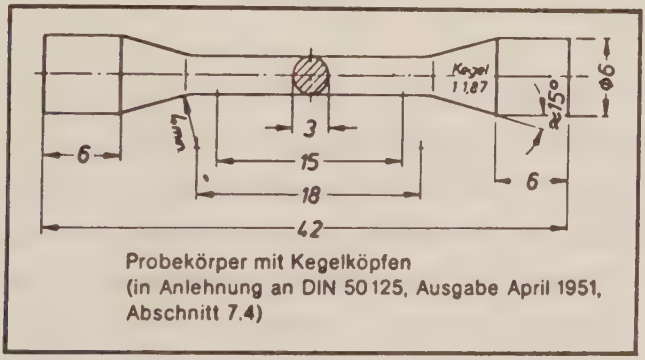


Abb. 1: Prüfkörper nach DIN 13906

3.3.1. Herstellung der Edelmetall-Prüfkörper

An den in Wachs vorliegenden Prüfkörpern werden an beiden Enden dicke Gußkanäle im Durchmesser von 5 mm angebracht, die es ermöglichen, beim Erstarrungsprozeß nach dem Gießen flüssige Schmelze an den Prüfkörper weiterzugeben, um so evtl.

entstehenden Schwindungslunkern bei der Erstarrungskontraktion vorzubeugen (13, 29). Je drei so vorbereitete Prüfkörper werden auf dem Einbettgerät, das Trichterform hat, befestigt. Danach wird das Wachs mit "Waxit" benetzt, einem Oberflächenentspannungsmittel, und getrocknet.
Nun wird die Gußmuffel mit angefeuchteter Asbestpappe ausgelegt. Sie dient zum Ausgleich der Abbindeexpansion der Einbettmasse und der thermischen Expansion bei der Vorwärmung und wirkt so der Wachsmodellschrumpfung und der Metallkontraktion in der Phase der Abkühlung entgegen. Idealerweise sollten diese beiden Größen Expansion/Kontraktion gleichwertig sein (11).

Nachdem die Gußmuffel auf das Einbettgerät gesetzt wurde, wird eine vom Hersteller angegebene Einbettmasse angerührt: Hier Deguvest HFG für die Degussa-Metalle; das Pulver enthält Cristobalit und Magnesium-Verbindungen, die Flüssigkeit kolloidale Kieselsäurelösung (11). Das Pulver/Flüssigkeitsverhältnis (75 %ig) beträgt 6,92 : 1. Für Herador P von Heraeus wird Heravest verwendet, ebenfalls eine gipsfreie phosphatgebundene Einbettmasse, bestehend aus hochtemperaturbeständigen SiO_2-Modifikationen, Magnesiumoxid und Ammoniumphosphat; das Pulver/Flüssigkeitsverhältnis mit der verdünnten Mischflüssigkeit (1 Teil aqua dest + 3 Teile Mischflüssigkeit) beträgt 10 g Pulver : 1,75 cm^3 verdünnter Mischflüssigkeit (13). Das Anmischen bei gleichzeitiger Evakuierung von eingeschlossener Luft wird mit dem Multivac 2 - Gerät vorgenommen.

Nach dem Abbinden der Einbettmasse wird die Muffel in einen auf 350°C vorgewärmten Ofen gesetzt, um das Wachs innerhalb von 60 min. auszutreiben. Danach erfolgt das Umsetzen der Gußmuffel in einen zweiten auf 200°C vorgewärmten Ofen, der nun auf die dem jeweiligen Metall zugeordnete Vorwärmtemperatur erhitzt wird.

Vorwärmtempertur von:

Deva 4 900°C

Degubond 4 850°C

Degulor M 700°C

Herador P 850°C

Nach Erreichen der Vorwärmtemperatur verbleiben die Muffeln noch 30 min. im Ofen, um eine gleichmäßige Durchwärmung der Einbettmasse zu gewährleisten. Das Beachten der vorgegebenen Temperaturen ist wichtig, da sonst Gußobjekte mit schwammiger und von Lunkern durchsetzter Oberfläche resultieren (sog. Kaltguß). Auch im Innern des Gußobjektes findet man hierbei ein mit Lunkern durchsetztes Gefüge. Bei der weiteren Bearbeitung der Oberfläche können bei kupferhaltigen Legierungen so "Lokalelemente" entstehen und zu Verfärbungen führen (13).

Zum Vergießen der Legierungen wird eine Hochfrequenzschleuder mit Vacuum (Globucast von Krupp) eingesetzt. Die Degussa-Legierungen Deva 4, Degubond 4 und Degulor M werden nach Herstellervorschrift im Graphittiegel vergossen, die Heraeus-

Legierung Herador P im Keramiktiegel.

Nach dem Guß kühlen die Muffeln langsam auf Raumtemperatur ab, wobei die Legierungen durch Selbstvergütung etwa 90 % ihrer optimalen Festigkeit erreichen. Dieses Verfahren wird dem Aushärten (15 Minuten bei 600°C) vorgezogen, da es praxisorientiert ist.

Nun werden die Objekte vorsichtig ausgebettet, von groben Resten der Einbettmasse befreit und in einem Neacidbad bei 70°C abgesäuert. Danach werden die Gußkanäle abgetrennt und die Prüfkörper mit feinen Steinchen ausgearbeitet.

Normalerweise wird in zahnärztlichen Laboratorien bereits vergossenes Edelmetall wiederverwendet (Gußkegel), in der Regel unter Hinzufügung von mindestens einem Drittel neuer Gußplättchen. Jedoch muß nach Untersuchungen von MARX (22) mit Verunreinigungen, verminderter Zugfestigkeit und Härteabfall infolge einer Verunreinigung des Metallgefüges durch Oxidaufnahme gerechnet werden. Aus Gründen der Reproduzierbarkeit wird in der vorliegenden Arbeit nur neues Metall verwendet. Dies geschieht insbesondere, weil es sich um edelmetallreduzierte aufbrennkeramische Legierungen handelt, die aufgrund ihres Verwendungszweckes oxidbildende unedle Elemente in erhöhter Menge enthalten müssen. Außerdem besteht bei diesen Legierungen durch Mehrfachvergießen die Gefahr, daß sich die Mengenverhältnisse der Elemente verändern (20).

3.3.2. Herstellung der CrCoMo-Prüfkörper

Bei der Herstellung der CrCoMo-Prüfkörper werden die gleichen Wachsmodelle wie unter 3.3. beschrieben verwendet. Auch hier kommt für den Guß nur neues Metall der Firma Bego (Bremer Goldschlägerei) zur Anwendung. Vergossen wird Wironit.

Der besonderen Verarbeitung wegen übernahm es dankenswerterweise der Hersteller, die Prüfkörper nach Vorschrift zu gießen. Nach Einbettung von jeweils 6 Wachsmodellen in Wirovest im Verhältnis von 400 g Pulver zu 60 ml Wasser wurde das Wachs ausgetrieben und die Muffel in den Vorwärmofen bei Temperatur 1100°C gegeben.

Das Schmelzen fand im Keramiktiegel im Formax-Gerät 35 K statt. Nach dem Gießen wurde die Gußmuffel langsam auf Raumtemperatur abgekühlt, wobei eine Selbstvergütung der Gußobjekte stattfindet.

Die Prüfkörper wurden nun ausgebettet, mit Edelkorund abgestrahlt, vom Gußkanal getrennt und ausgearbeitet.

3.4. Das Vorbereiten der zu lötenden Prüfkörper

Nach dem Gießen werden die Prüfkörper zersägt, auf Lötspaltbreite fixiert und zum Löten eingebettet.

3.4.1. Trennen der gegossenen Prüfkörper

Beim Trennen der gegossenen Prüfkörper ist darauf zu achten, daß die Schnittfläche genau im Winkel von 90° zur Meßstrecke liegt. Dies ist wichtig, um später einen Lötspalt von zwei planparallelen Flächen zu erhalten.

Dazu wird der Prüfkörper in einen Schraubstock eingespannt und die Trennscheibe in 90° zur Meßstrecke ausgerichtet. Die Trennscheibe im Handstück ist auf ein schwenkbares Stativ montiert, um eine exakte Führung der Trennscheibe zu ermöglichen. Das Trennen von Hand hätte eine mehr oder minder linsenförmige Oberfläche ergeben, der Lötspalt demzufolge einen eieruhrförmigen oder keilförmigen Querschnitt erhalten (s. auch 2.1.2.).

3.4.2. Fixieren der getrennten Prüfkörper

Die zu verlötenden halben Prüfkörper werden in einer speziellen Schablone (s. Abbildung 2 im Bildanhang) planparallel ausgerichtet und mit einer 0,1 mm starken Metallzunge auf

Stoß gebracht. Danach wird mit Klebewachs ein Metallbügel an beiden kolbenartig verdickten Enden der Prüfkörper angebracht (16).So können die fixierten halben Prüfkorper der Schablone ohne Lageveränderung zueinander entnommen werden. Nach Entfernung des 0,1 mm-Metallstreifens wird der Lötspalt mit Wachs umschmolzen, um ein Eindringen der Einbettmasse zu verhindern.

3.4.3. Einbetten der fixierten Prüfkörper

Zur Einbettung der fixierten Prüfkörper werden die von den jeweiligen Scheideanstalten empfohlenen Löteinbettmassen unter Beachtung der Verarbeitungshinweise verwendet. Für die Legierungen Deva 4, Degubond 4 und Degulor M wird Deguvest L in einem Mischungsverhältnis 100 g Pulver zu 25 ml aqua dest. verwendet, für die Legierung Herador P Heravest L mit aqua dest. (der Hersteller gibt kein genaues Anmischverhältnis an, sondern schlägt standfeste Mischung vor).

Nach Abwarten einer Abbindezeit von 30 min. wird der Lötblock in eine kleine Form gebracht, das Wachs vollständig ausgebrüht sowie der Lötspalt auf Wachsreste kontrolliert, ggf. wiederholt ausgebrüht. Danach wird der Lötspalt noch einmal auf den eingestellten Wert von 0,1 mm und Planparallelität der Lötflächen untersucht. Gegebenenfalls müssen Fixierung und Einbettung wiederholt werden (s. Abb. 3 im Bildanhang).

3.5. Lötverfahren

Zur Anwendung kommen Lötverfahren, die nach dem keramischen Brand eingesetzt werden können. Um Reproduzierbarkeit von Ergebnissen zu gewährleisten, werden die Herstellerangaben über die Ofenlötung genauestens befolgt. Da die Legierungshersteller z.T. unterschiedliche Angaben machen, werden diese kurz auszugsweise dargestellt.

Empfehlungen der Fa. Degussa zur Ofenlötung nach dem keramischen Brand (4):

"Abdecken des Lötspaltes mit Flußmittel T (flüssig). Vorgesehenes Lot über einer Bunsenbrennerflamme so anschmelzen, daß eine etwa stecknadelkopfgroße Kugel entsteht, die einen Stiel haben soll, mit dem die Kugel am Lötspalt plaziert werden kann.
Lotkugel mit Flußmittel T dünn bestreichen, am Lötspalt plazieren.
Lötblock am Ofeneingang 10 bis 15 min. vorwärmen, danach Lötblock in den Ofen bringen. Temperatureinstellung des Ofens etwa 30 bis 50°C über der Arbeitstemperatur des jeweiligen Lotes.
Lötblock nach Erreichen der Solltemperatur 2 bis 3 min. im Ofen belassen, danach dem Ofen entnehmen und gleichmäßig abkühlen lassen.
Nach Entfernen der Löteinbettmasse Abbeizen des Gußobjektes in warmer Neacid-Lösung."

Empfehlungen der Firma Heraeus zur Ofenlötung nach dem keramischen Brand (14, 15):

"Füllen des Lötspaltes mit Flußmittel Hera UL 99 (pastös) bei erwärmtem Objekt.
Das teilweise zu einer Lotkugel geschmolzene Lotbändchen nach Eintauchen in Flußmittel Hera UL 99 am Lötspalt plazieren. Vortrocknen des Lötblockes im Lötofen bei 600°C bis zu 10 min.
Ofentemperatur einstellen auf Arbeitstemperatur des Lotes + 30°C, bei Lötungen mit Herador Lot 3 im Vacuum auf einer Graphitplatte bei 840°C.
Nach Erreichen der Solltemperatur Objekt 3 bis 5 min. auf Temperatur im Ofen belassen, dann entnehmen."

Die verwendeten Flußmittel (Flußmittel T der Fa. Degussa, Flußmittel Hera Ul 99 der Fa. Heraeus) haben die Aufgabe, im Lötspalt vorhandene Oxidschichten aufzulösen und bei der Wärmeeinwirkung des Lötvorganges neu entstehende Oxide umgehend abzubauen, da diese Oxide eine Lötung behindern bzw. unmöglich machen (s. auch 2.1.2.). Flußmittel haben ihren Wirkungsbereich oberhalb von etwa 600°C, vorher bilden sie einen schützenden glasartigen Film. Im Wirktemperaturbereich sind sie flüssig und können durch das einschießende flüssige Lot unter Mitnahme vorhandener Oxide verdrängt werden. Das Lot selbst wird erst flüssig, wenn die Gußwerkstoffe die Arbeitstemperatur das Lotes erreicht haben.

Alle Lötungen werden im VITA Austromat 2001 durchgeführt, dessen Thermostat mit keramischen Temperaturprüfern geprüft und geeicht wird.Um unterschiedlichen Temperatureinflüssen während des Lötvorganges auf die Gußproben zu begegnen, wird jede Lötung einzeln durchgeführt. Temperaturschwankungen durch unterschiedliche Positionierung der Objekte in der Brennkammer werden ausgeschaltet, indem die Lötstelle immer zentral ausgerichtet wird. Auch werden alle Lötungen in dem gleichen Gerät durchgeführt (25), (Abb. 4 im Bildanhang).

3.5.1. Gußwerkstoff/Lot-Systeme

Die Gußwerkstoff/Lot-Systeme, die in dieser Arbeit untersucht werden, sind in Tabelle 14 in einer Übersicht wiedergegeben. Je System werden 10 Lötungen hergestellt, um nach den darauffolgenden Zugversuchen eine Aussage über die Haltbarkeit der Lötungen machen zu können. Zusätzlich zu diesen Systemen (Kenn-Nummern 06-14) werden je 10 unverlötete Gußproben hergestellt, um nach den Zugversuchen Vergleichszahlen über die Zugfestigkeit der unverlöteten Metalle und der Lötungen zu haben:

Wironit, Kenn-Nr. 01

Degulor M, Kenn-Nr. 02

Deva 4, Kenn-Nr. 03

Degubond 4, Kenn-Nr. 04

Herador P, Kenn-Nr. 05

Übersicht der bearbeiteten Gußwerkstoff/Lot-Systeme unter Beachtung der Hersteller-Verarbeitungsvorschriften

Kenn-Nr.	Gußwerkstoffe	Fluß-mittel	Lot	Arbeits-temperatur des Lotes (°C)	Lötblock-Vorwärmung		Löttemperatur im Ofen (°C)	Verweildauer des Lötblockes nach Erreichen der Löttemperatur (min.)
					Temp. (°C)	Zeit min.	Vor- | Haupt-versuche	
06	Deva 4/Deva 4	T	Unilot 1	820	600	10	860 (910)*	2,5
07	Deva 4/Deva 4	T	Unilot 2	760	600	10	800 (850)*	2,5
08	Deva 4/Degulor M	T	Unilot 2	760	600	10	800 (850)*	2,5
09	Deva 4/Wironit	T	L 750	750	600	10	790 (840)*	2,5
10	Degubond 4/Degubond 4	T	Unilot 1	820	600	10	860 (910)*	2,5
11	Degubond 4/Degubond 4	T	Unilot 2	760	600	10	800 (850)*	2,5
12	Degubond 4/Degulor M	T	Unilot 2	760	600	10	800 (850)*	2,5
13	Degubond 4/Wironit	T	L 750	750	600	10	790 (840)*	2,5
14	Herador P/Herador P	UL 99	Herador Lot 3	800	600	10	840	4,0

Tab. 14: Übersicht Grundwerkstoff/Lot-Systeme

* = nach Vorversuchen geänderte Löttemperatur

3.5.2. Vorversuche - Abänderungen

Aus verfahrenstechnischen Gründen und um im Vorfeld der Untersuchungen systematische Fehler aufzuspüren, wurden von den Materialkombinationen

06 Deva 4/Deva 4, Unilot 1
07 Deva 4/Deva 4, Unilot 2
10 Degubond 4/Degubond 4, Unilot 1
11 Degubond 4/Degubond 4, Unilot 2

je 5 Lötungen mit den in Tabelle 14 ausgewiesenen Temperaturen und Zeiten durchgeführt. Diese Lötungen hielten bis auf zwei Ausnahmen aus der Gruppe 10 mechanischen Belastungen mit der Hand nicht stand. Sie zerbrachen entweder beim Ausbetten aus der Löteinbettmasse oder leichten Biegungen.

Daraufhin wurden noch einmal je 5 der vorgenannten Lötsysteme hergestellt und verlötet. Auch mit dieser Serie konnten keine nennenswerten Löterfolge erzielt werden. Diese Erfahrungen decken sich mit Berichten aus zahntechnischen Laboratorien, die in der Regel die Flammenlötung nach dem keramischen Brand anwenden. Aufgrund der schlechten Vorergebnisse wurden die Löttemperaturen abgeändert und 40 neue Prüfkörper hergestellt.

Nach Rücksprache mit dem Hersteller der Dentallegierungen sollte die Löttemperatur im Ofen heraufgesetzt werden, zu-

nächst um 50°C (5). Die abgeänderten Löttemperaturen finden sich in Tabelle 14 in der Spalte "Löttemperaturen im Ofen" (s. 3.5.1.).

3.6. Zugversuche

Um bei den ungelöteten wie bei den gelöteten Gußproben nach DIN 13906 Zugversuche durchzuführen, bedarf es einer gleichmäßig ansteigenden Zugbelastung sowie einer die anliegende Kraft und die (Dehnungs-) Verformung messenden Apparatur.

Es wird eine programmgesteuerte "Instron"-Universalprüfmaschine der Baureihe 6025 mit integriertem Rechner und einer Meßdose bis 100 kN Gesamtbelastung verwendet. Diese Maschine kann sowohl die Dehnung des Prüfkörpers und die anliegende Kraft graphisch über einen Diagramm-Schreiber aufzeichnen als auch die augenblicklichen Werte auf einem Monitor anzeigen, wenn aus einem vorliegenden Programm-Menue ein individuelles Versuchsprogramm zusammengestellt wird. Dieses individuelle Versuchsprogramm wird auf einem Datenträger fixiert und dient bei jedem Versuch als Steuer- und Speicherprogramm. Jeder Befehl an die Maschine muß vorgegeben sein und kann im Versuch nicht abgeändert werden.

Die gegossenen bzw. gelöteten Prüfkörper werden mit einem Ende in einer ortsunveränderbaren Aufhängung befestigt. Dazu dient die konische Verdickung am Ende des Prüfkörpers. Das andere Ende wird in eine ebenfalls konische Aufhängung der Prüfmaschine gegeben, die wiederum an einer beweglichen Traverse befestigt ist. Diese Traverse arbeitet mit einem kontinuierlichen Vorschub von 2 mm pro Minute. An der Prüfstrecke des gegossenen/gelöteten Prüfkörpers selbst ist ein

Meßgerät befestigt, das die Dehnung zwischen den beiden Abgriffpunkten des Dehnungsnehmers mißt. Beide Größen, die Dehnung wie auch die anliegende Spannung, gehen über den integrierten Rechner auf den Diagramm-Schreiber. Dieser schreibt auf der x-Achse die Dehnung in %-Werten, auf der y-Achse die anliegende Spannung in N/mm² auf ein Millimeter-Papier. Bei beginnender Dehnung der Gußprobe zeichnet der Schreiber zunächst eine steile annähernde Gerade, die der elastischen Dehnung des Prüfkörpers entspricht. Die elastische Dehnung ist der Verformungsbereich, den das gezogene Metall bei Spannungsrückgang wieder zurückzustellen in der Lage ist. Dieser Teil der Kurve wird als sogenannte "Hooksche Gerade" bezeichnet. Diese Gerade geht bei zunehmender Spannung in eine flache Kurve über, hier beginnt die plastische Verformung des Prüfkörpers. Man versteht darunter eine bleibende Verformung des gezogenen Metalles aufgrund von strukturellen Änderungen im Material.

Durch Abtragung von 0,2% parallel zur Hook'schen Geraden läßt sich die 0,2%-Dehngrenze graphisch ermitteln. Allerdings ist dieser Wert nur bei ungelöteten Materialproben aussagekräftig, da nur hier die Verformung über die gesamte Prüfstrecke gleichmäßig stattfindet. Bei gelöteten extraharten Legierungen tritt die Dehnung vornehmlich im Lot auf, so daß diesem Wert in Bezug auf das System Legierung/Lot/Legierung keine aussagekräftige Bedeutung zukommt.

Die flache Kurve wird vom Schreiber bis zum Bruch des Prüfkörpers fortgeführt. Der Prüfkörper zeigt seine maximale Spannungsbelastung im Diagramm kurz vor dem eigentlichen Bruch, da hier eine Abnahme seines Durchmessers sichtbar wird (s. Abb. 5).

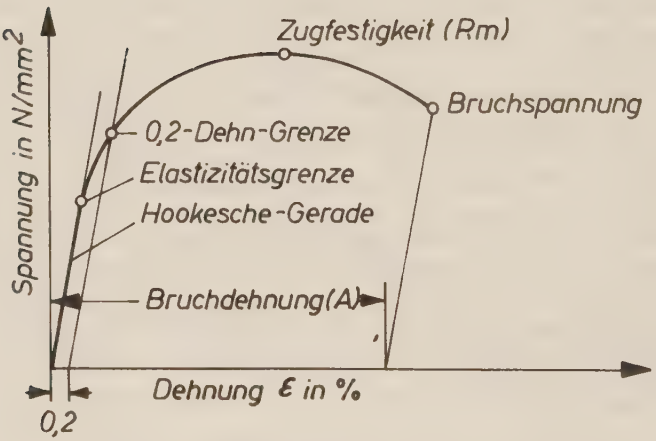


Abbildung 5: Spannungs-Dehnungs-Diagramm

Die Zugversuche werden an folgenden Legierungen bzw. Legierungs-Lot-Systemen durchgeführt, jeweils 10 Proben stehen zur Verfügung (Tab. 15):

Kenn-Nr.	Legierung(en)	Lot
01	Wironit	-
02	Degulor M	-
03	Deva 4	-
04	Degubond 4	-
05	Herador P	-
06	Deva 4/Deva 4	Unilot 1
07	Deva 4/Deva 4	Unilot 2
08	Deva 4/Degulor M	Unilot 2
09	Deva 4/Wironit	L 750
10	Degubond 4/Degubond 4	Unilot 1
11	Degubond 4/Degubond 4	Unilot 2
12	Degubond 4/ Degulor M	Unilot 2
13	Degubond 4/Wironit	L 750
14	Herador P/Herador P	Herador Lot 3

Tab. 15: Übersicht der Zugproben-Serien

3.7. Ergebnisse der Zugversuche

Zur besseren Übersicht sind die Ergebnisse der Zugversuche pro Legierung bzw. Legierungs-Lot-System tabellarisch dargestellt und kurz kommentiert. Alle Vorkommnisse, die aus dem normalen Versuchsablauf herausfallen, sind nach den jeweiligen Tabellen vermerkt.

Größtenteils kann die 0,2%-Dehngrenze bei den gelöteten Proben nicht ermittelt werden. Wie in Kapitel 3.6. beschrieben, ist dies für gelötete Proben insoweit nicht störend, als bei den verwendeten extraharten Gußlegierungen eine elastische Dehnung nur im Lot auftritt und somit keine Aussagekraft besitzt.

Eine zusammenfassende Graphik der Ergebnisse der Zugversuche findet sich im Anschluß an Kapitel 3.7.14.

3.7.1. Wironit-Prüfkörper, unverlötet

	Probe	0,2% Dehngrenze N/mm²	Zugfestigkeit N/mm²
01, Wironit	1	548	818
unverlötet	2	568	822
	3	520	789
	4	580	867
	5	508	774
	6	632	832
	7	552	833
	8	540	814
	9	576	791
	10	595	854
			$\bar{x}$ = 819
			s = 29

Tab. 16: Zugfestigkeit unverlöteter Wironit-Prüfkörper, selbstvergütet

Alle 10 Gußproben zeigen gleichmäßig beieinander liegende Werte, wie die Standardabweichung s zeigt. Es wurde ein Zugfestigkeits-Mittelwert erreicht, der als gut zu bezeichnen ist, obwohl er unter den Angaben des Herstellers liegt.

3.7.2. Degulor M-Prüfkörper, unverlötet

	Probe	0,2 % Dehngrenze N/mm²	Zugfestigkeit N/mm²
02, Degulor M	1	540	-
unverlötet	2	578	704
	3	498	-
	4	548	754
	5	532	701
	6	564	718
	7	616	711
	8	560	732
	9	560	702
	10	516	688
			$\bar{x}$ = 714
			s = 21

Tab. 17: Zugfestigkeit unverlöteter Degulor-M-Prüfkörper, selbstvergütet

Die Proben 1 und 3 wurden nicht bewertet, da aufgrund eines technischen Fehlers der Schreiber des Gerätes seinen Dienst versagte. Die 0,2%-Dehngrenze konnte noch ermittelt werden und ist angegeben.

Die Werte liegen eng beieinander, wie die Standardabweichung aussagt, und sind als gut zu bezeichnen.

3.7.3. Deva 4-Prüfkörper, ungelötet

	Probe	0,2% Dehngrenze N/mm²	Zugfestigkeit N/mm²
03, Deva 4	1	472	712
unverlötet	2	456	709
	3	448	711
	4	436	738
	5	480	701
	6	456	675
	7	476	714
	8	448	685
	9	424	679
	10	464	668
			$\bar{x}$ = 699
			s = 22

Tab. 18: Zugfestigkeit unverlöteter Deva 4-Prüfkörper, selbstvergütet

Alle Werte liegen eng beieinander, die Standardabweichung ist gering. Die Güsse sind somit einheitlich als gut zu bezeichnen.

3.7.4. Degubond 4-Prüfkörper, unverlötet

	Probe	0,2% Dehngrenze N/mm²	Zugfestigkeit N/mm²
04, Degubond 4	1	424	663
unverlötet	2	432	659
	3	428	656
	4	400	667
	5	464	691
	6	452	669
	7	436	648
	8	452	691
	9	420	646
	10	476	682
			$\bar{x}$ = 667
			s = 16

Tab. 19: Zugfestigkeit unverlöteter Degubond 4-Prüfkörper, selbstvergütet

Alle Werte liegen sehr eng beieinander, die Standardabweichung ist gering. Die Güsse sind gleichmäßig und gut.

3.7.5. Herador P-Prüfkörper, unverlötet

	Probe	0,2% Dehngrenze N/mm²	Zugfestigkeit N/mm²
05, Herador P	1	472	691
unverlötet	2	472	677
	3	480	667
	4	452	671
	5	452	680
	6	468	686
	7	456	749
	8	452	719
	9	448	686
	10	476	691
			$\bar{x}$ = 692
			s = 25

Tab. 20: Zugfestigkeit unverlöteter Herador P-Prüfkörper, selbstvergütet

Die gemessenen Werte liegen eng beieinander, die Standardabweichung ist in engen Grenzen. Die Güsse sind als gleichmäßig gut zu bezeichnen.

3.7.6. Deva 4/Deva 4 Unilot 1

	Probe	0,2% Dehngrenze N/mm²	Zugfestigkeit N/mm²
06, Deva 4/Deva 4	1	-	349
Unilot 1	2	-	369
	3	-	224
	4	-	263
	5	432	438
	6	-	412
	7	-	391
	8	-	-
	9	-	-
	10	-	-
			$\bar{x}$ = 349
			s = 79

Tab. 21: Zugfestigkeit des Legierungs-Lot-Systems Deva 4/Deva 4, Unilot 1

Die Meßwerte streuen in erheblichem Umfang und liegen im Mittelwert bei der Hälfte der Zugfestigkeiten für ungelötete Proben von Deva 4.

Die Lötproben 8, 9 und 10 waren nicht auswertbar, da sie alle bei ca. 60 N/mm² zerrissen. Da alle Prüfkörper im Lot rissen, konnte die 0,2%-Dehngrenze nicht ermittelt werden.

3.7.7. Deva 4/Deva 4, Unilot 2

	Probe	0,2% Dehngrenze N/mm²	Zugfestigkeit N/mm²
07, Deva 4/Deva 4	1	-	492
Unilot 2	2	-	258*
	3	448	468
	4	-	314
	5	-	471
	6	-	318
	7	-	420
	8	-	462
	9	-	-
	10	-	-
			$\bar{x}$ = 421
			s = 75

Tab. 22: Zugfestigkeit des Legierungs-Lot-Systems Deva 4/Deva 4, Unilot 2

Die Meßwerte streuen erheblich, wie die Standardabweichung zeigt. Hohe Werte von ca. 450 N/mm² sind auch bei diesen Lötungen nur vereinzelt erreicht worden.

Die Zugproben 9 und 10 zerrissen unter 30 N/mm² und gingen in die Wertung nicht ein. Da alle Proben im Bereich der Lötung rissen, konnte die 0,2%-Dehngrenze nicht erfaßt werden.

* Probe 2 wurde als unterster Wert aus der Berechnung genommen.

3.7.8. Deva 4/Degulor M, Unilot 2

	Probe	0,2% Dehngrenze N/mm²	Zugfestigkeit N/mm²
08, Deva 4/Degulor M	1	-	230
Unilot 2	2	-	-
	3	-	181
	4	476	479
	5	460	500
	6	-	245
	7	-	358
	8	428	427
	9	440	470
	10	-	212
			$\bar{x}$ = 345
			s = 129

Tab. 23: Zugfestigkeit des Legierungs-Lot-Systems Deva 4/Degulor M, Unilot 2

Die Meßwerte streuen extrem (von 181 bis 500 N/mm²), dementsprechend ist die Standardabweichung sehr hoch. Die Probe 2 riß bei 76 N/mm² und wurde nicht gewertet. In der Regel rissen die Proben im Bereich der Lötung, so daß auch hier eine 0,2%-Dehngrenze nicht ermittelt werden konnte.

3.7.9. Deva4/Wironit, Lot L 750

Hier erübrigt sich das Wiedergeben einer Zugfestigkeitstabelle, sechs von 10 gelöteten Systemen zerbrachen beim Ausbetten aus der Löteinbettmasse, die verbliebenen vier Proben erreichten beim Zugversuch nicht die 40 N/mm²-Marke.

Aus diesem Grund sollen noch gesonderte Untersuchungen mit Lot L 750 (ohne Vorschwemmen von EM-Lot) vorgenommen werden (s. Kap. 3.9.).

3.7.10. Degubond 4/Degubond 4, Unilot 1

	Probe	0,2% Dehngrenze N/mm²	Zugfestigkeit N/mm²
10, Degubond 4/	1	364	394
Degubond 4	2	-	65
Unilot 1	3	372	514
	4	-	41
	5	-	55
	6	-	457
	7	-	84
	8	-	42
	9	-	486
	10	-	472
	$\bar{x}$ der Proben 1, 3, 6, 9 und 10 =		465
	s der Proben 1, 3, 6, 9 und 10 =		45

Tab. 24: Zugfestigkeit des Legierungs-Lot-Systems Degubond 4/Degubond 4, Unilot 1

Die gemessenen Werte lassen sich in zwei Gruppen einteilen: die erste Gruppe mit den Proben 2, 4, 5, 7 und 8 rissen zum Teil innerhalb der Lötstelle etwas ein, beginnend an einem Lunker (Proben 2, 4, 5), und konnten nicht unter kräftige Zugspannung gesetzt werden; die Proben 7 und 8 zerissen bei niedrigen Werten im Lot.

Die Gruppe mit den Proben 1, 3, 6, 9 und 10 zeigen Werte, die den Forderungen an eine Lötung nahekommen bzw. diese erfüllen. Die 0,2%-Dehngrenze konnte nicht ermittelt werden.

3.7.11. Degubond 4/Degubond 4, Unilot 2

	Probe	0,2% Dehngrenze N/mm²	Zugfestigkeit N/mm²
11, Degubond 4/	1	348	382
Degubond 4	2	372	434
Unilot 2	3	-	300
	4	-	386
	5	340	507
	6	-	328
	7	-	297
	8	-	115
	9	-	486
	10	-	-
		$\bar{x}$ der Proben 1 - 7, 9 =	390
		s der Proben 1 - 7, 9 =	81

Tab. 25: Zugfestigkeit des Legierungs-Lot-Systems Degubond 4/Degubond 4, Unilot 2

Die Messungen der gewerteten Proben 1 bis 7 und 9 streuen erheblich (297 bis 507 N/mm²), bis auf 3 Proben ist dieses Lötergebnis nicht befriedigend.

Die Probe 10 konnte nicht ausgewertet werden.

Die 0,2 %-Dehngrenze war nur in 3 Fällen zu ermitteln.

3.7.12. Degubond 4/Degulor M, Unilot 2

	Probe	0,2% Dehngrenze N/mm²	Zugfestigkeit N/mm²
12, Degubond 4/	1	-	414
Degulor M	2	-	(188)
Unilot 2	3	392	(550)
	4	340	476
	5	296	387
	6	-	535
	7	340	(537)
	8	352	375
	9	348	530
	10	372	528
		$\bar{x}$ der Proben 1, 4, 5, 6, 8, 9, 10 =	464
		s der Proben 1, 4, 5, 6, 8, 9, 10 =	71

Tabelle 26: Zugfestigkeit des Legierungs-Lot-Systems Degubond 4/Degulor M, Unilot 2

Die Streuung der in die Wertung genommenen Proben hält sich in Grenzen, die Festigkeit der Lötungen läßt sich mit Ausnahme der Proben 1,5 und 8 vertreten.

Die Probe 2 wurde mit 188 N/mm² aus der Wertung genommen. Alle Zerreißungen fanden im Lot statt, nur die Proben 3 und 7 zerrissen außerhalb der Lötstelle aufgrund von Lunkern. Sie wurden deshalb nicht mitgewertet. Die Werte 550 N/mm² (Probe 3) und 537 N/mm² (Probe 7) lassen besonders günstige Lötverbindungen vermuten.

3.7.13. Degubond 4/Wironit, Lot L 750

Alle im Vorversuch gemachten Lötungen hielten leichten Biegungen in der Hand nicht stand und zerbrachen. So konnten keine Zugfestigkeitsprüfungen durchgeführt werden. Erstaunlicherweise war nach den Ofenlötungen zu erkennen, daß die Masse des Lotes am Wironit haftete. Nur kleine Mengen flossen in den Lötspalt, und dies unvollkommen. Das Lot zeigte nach den Lötungen stets Poren und eine inhomogene Oberfläche, besonders im Bereich der Lötfuge.

Auch hier sollen gesonderte Untersuchungen mit Lot 750 (ohne Vorschwemmen von EM-Lot) vorgenommen werden (s. Kap. 3.9.).

3.7.14. Herador P/Herador P, Herador Lot 3

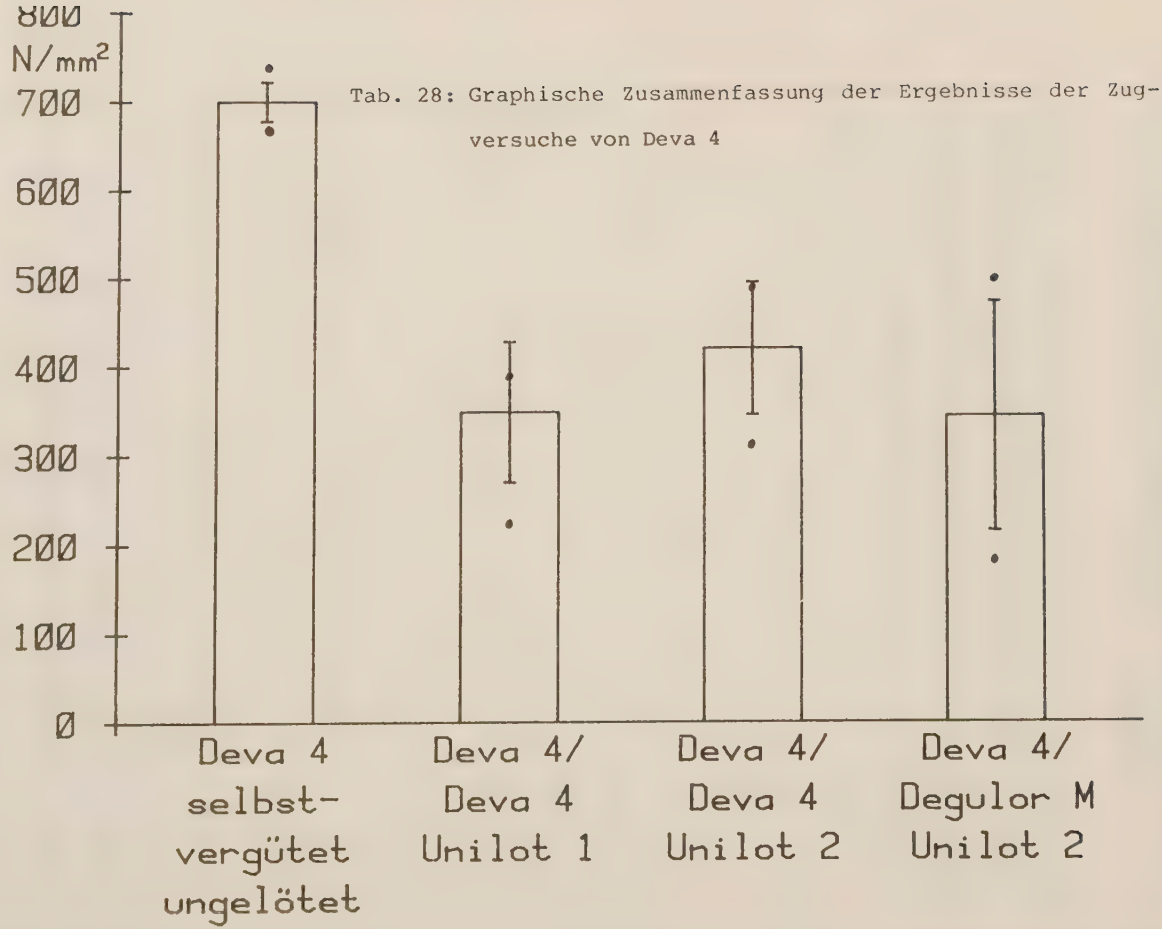
	Probe	0,2% Dehngrenze N/mm²	Zugfestigkeit N/mm²
14, Herador P/	1	-	342
Herador P	2	-	460
Herador Lot 3	3	-	244
	4	-	257
	5	-	446
	6	-	406
	7	-	248
	8	-	250
	9	-	374
	10	-	430
			$\bar{x}$ = 342
			s = 90

Tab. 27: Zugfestigkeit des Legierungs-Lot-Systems Herador P/Herador P, Herador Lot 3

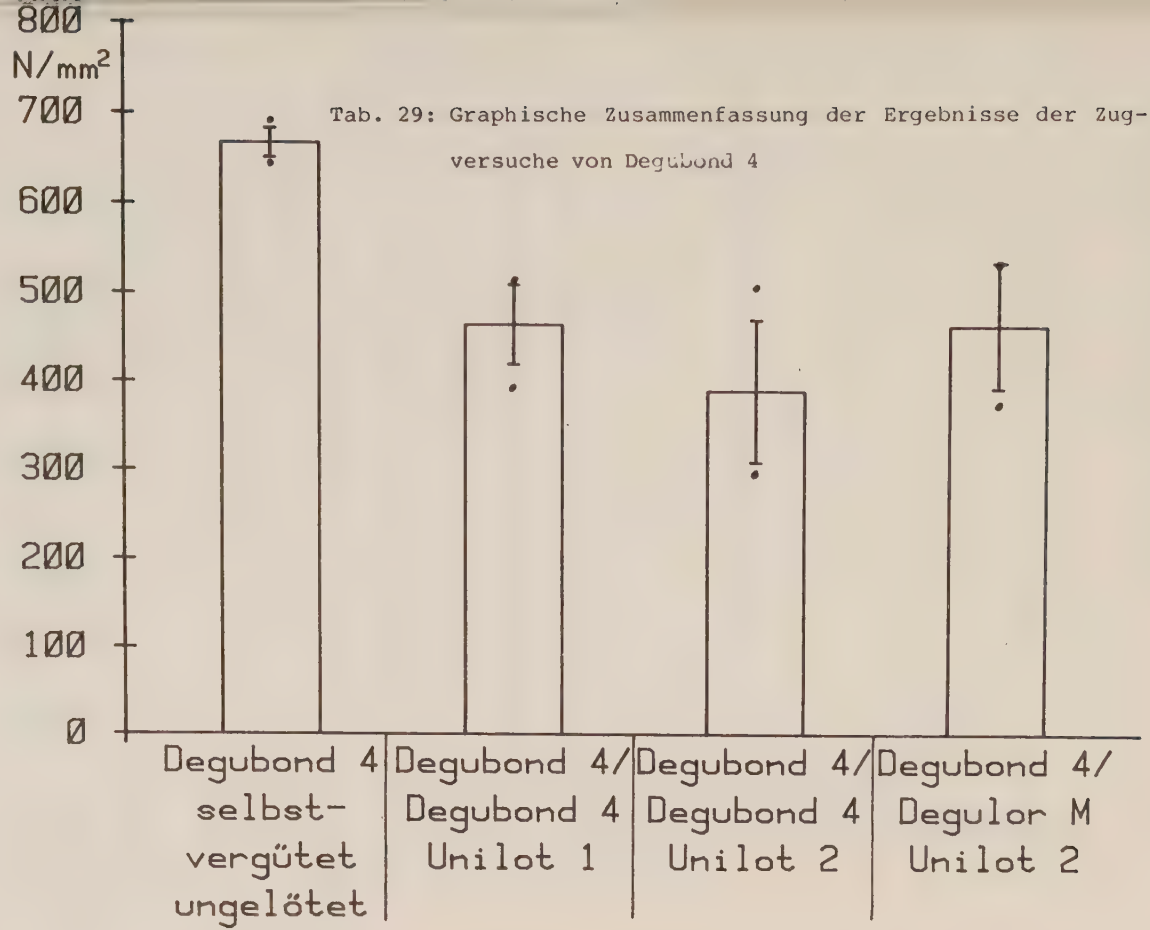
Obwohl die gemessenen Zugfestigkeiten der Proben erheblich streuen, wurden alle Werte gemittelt. Bis auf vier Proben 2, 5, 6 und 10 sind die Prüfkörper innerhalb des Lotes unter 400 N/mm² zerrissen. Die 0,2%-Dehngrenze wurde nicht ermittelt.

3.7.15. Graphische Zusammenfassung der Ergebnisse der Zugversuche

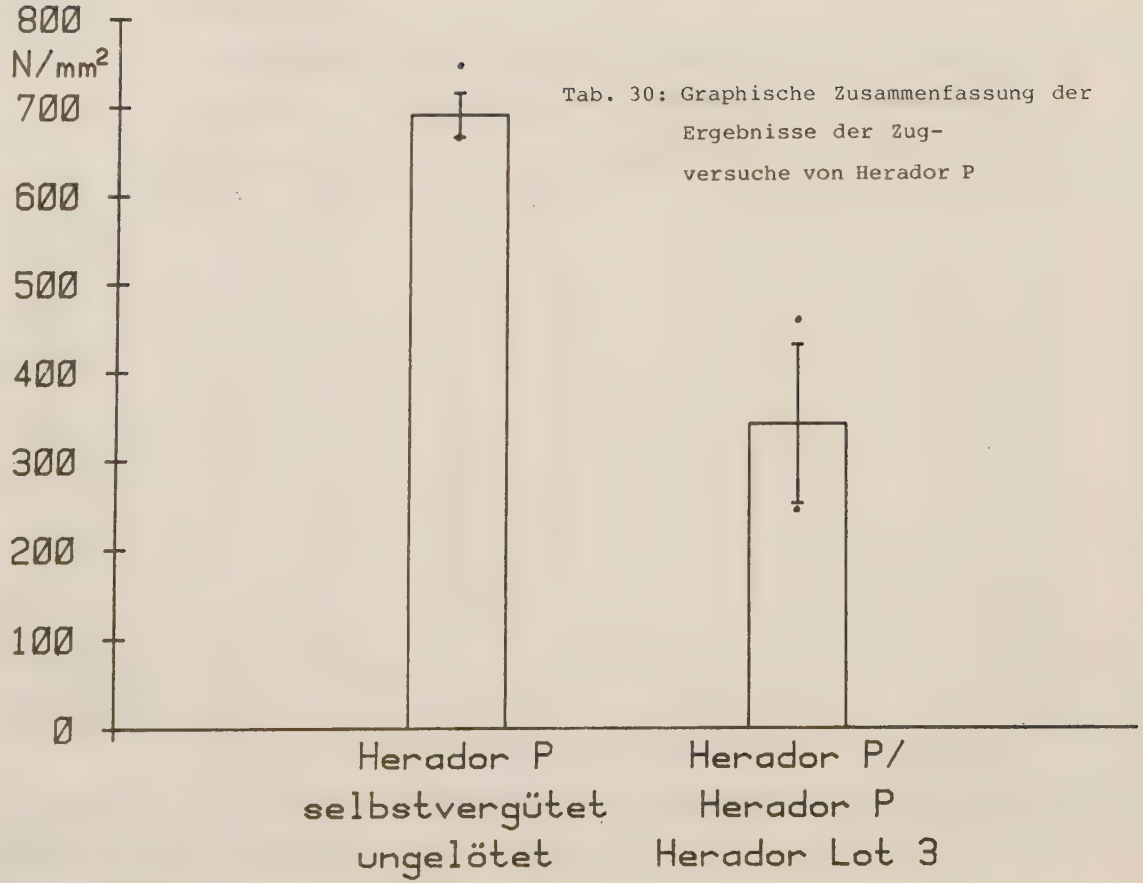
Die gemittelten Werte der Zugfestigkeiten sind als Säule dargestellt, die Linien innerhalb der Säulen geben die Standardabweichungen nach oben und unten an. Die Punkte kennzeichnen jeweils Minimum- und Maximumwert einer Serie.



Tab. 28: Graphische Zusammenfassung der Ergebnisse der Zugversuche von Deva 4



Tab. 29: Graphische Zusammenfassung der Ergebnisse der Zugversuche von Degubond 4



Tab. 30: Graphische Zusammenfassung der Ergebnisse der Zugversuche von Herador P

3.8. Metallographische Untersuchungen

Die Metallographie als wissenschaftliche Disziplin befaßt sich mit der Untersuchung von Metallgefügen und ihren Strukturen. Da Metalle und ebenso Legierungen in festem Zustand kristalline Struktur haben, müssen diese zur Beobachtung im Licht- oder Rasterelektronenmikroskop sichtbar gemacht werden.

3.8.1. Herstellung der Schliffe und Ätzungen

Der Bereich der Lotnaht wird aus dem Prüfkörper herausgetrennt und in einem kaltpolymerisierenden Polyestergußharz eingebettet. Senkrecht zur Lotnaht wird mit Siliziumkarbidschleifpapier in aufsteigender Reihe geschliffen, bis jeweils die Schleifspuren der vorangegangenen Körnung nicht mehr sichtbar sind. Dies wird durch um 90° versetzten Schliff erreicht. Geschliffen wird von 320er über 400er, 600er bis 1000er Körnung. Danach wird die Metalloberfläche mit Diamantpasten von 3 Mikrometer und 1 Mikrometer poliert und im Ultraschallbad in Alkohol gereinigt. Zur Darstellung des Kristallgefüges der Legierungen wird Königswasser als Ätzmittel verwendet:

1 Teil konzentrierte Salpetersäure

3 Teile konzentrierte Salzsäure

Temperatur: 25°C

Ätzdauer: je nach Legierung 20 bis 60 sec.

3.8.2. Licht- und rasterelektronenmikroskopische Betrachtungen

Die Betrachtung des geätzten Schliffes der Lötung Deva 4/ Deva 4 mit Unilot 1 (Abb. 6 im Bildanhang) zeigt links ein unregelmäßigeres Muster im Grundwerkstoff als rechts. Der Lötspalt ist durch eine dunkle Linie deutlich abgegrenzt. Das Lot ist in alle Unebenheiten geflossen, zeigt in der Mitte des Lötspaltes jedoch rissartige Lunker. Das Lot ist vom Ätzmittel schwächer angegriffen worden, da es höhere Edelmetallanteile enthält als die goldreduzierte Legierung Deva 4.

Das REM-Bild (Abb. 7 im Bildanhang) läßt bei einer Vergrößerung von 1650:1 genaue Aussagen über die Legierungsstrukturen zu. Das auf der linken Seite des lichtmikroskopischen Bildes erscheinende unregelmäßige Muster zeigt kein globuläres, sondern eindeutig ein dendritisches Wachstum der Legierung. Der helle unregelmäßig geformte Fleck in der Mitte des Dendriten ist als Kristallisationszentrum des angeschnittenen Dendriten anzusehen. Hier beginnt das Kristallwachstum und setzt sich homogen bis zur Grenze des Nachbardendriten fort. Diese Grenze besteht aufgrund der Elementverschiebung beim Abkühlungsprozeß nach dem Gießen aus einem wahrscheinlich ternären Eutektikum aus Gold, Palladium und Gallium. Noch im Eutektikum sind (graue) dendritische Verästelungen deutlich zu erkennen. An der Grenze Grundmetall/Lot zeigt sich, daß das flüssige Lot dendritische Inseln aus dem

Grundmetall herausgelöst hat, indem es in die interdendritischen Zonen vorgedrungen ist. Die klaren hellen Abgrenzungslinien, die den Konturen der herausgelösten "Dendriten-Inseln" folgen, beweisen dies (Abb. 7 oben, im Bildanhang). Dort, wo das Lot direkten Kontakt zum Dendriten der Legierung Deva 4 hat, konnte es nicht in die Tiefe dringen.

Die Diffusionszone ist etwa 10 Mikrometer breit, das Lot hat die Grundlegierung benetzt. Ein feiner grauer Saum, etwas dunkler als die Farbe des Lotes, deutet auf eine Legierungsbildung zwischen Dendriten aus Deva 4 und Lot hin, da er sich vornehmlich an der dendritischen Grenze und weniger an interdendritischen Zonen befindet. Die stark streuenden Werte der Zugfestigkeitprüfungen mit einem Mittelwert von 349 N/mm² finden eine mögliche Erklärung bei Betrachtung von Abb. 8 im Bildanhang. Hier ist bei 320facher Vergrößerung eine 14 mm lange Strecke des Lötspaltes wiedergegeben. Deutlich zeigt sich in der Lotmitte eine Anhäufung von rissartigen Schwindungslunkern, die beim Abkühlungsprozeß des Lotes entstanden sind. Eine Festigkeitsschwächung des Metalles ist die Folge.

Die Lötung von Deva 4/Degulor M mit Unilot 2 im Ofen zeigt bei 200facher Vergrößerung im ungeätzten Schliffbild nur eine deutliche Abgrenzung des Lotes zum Deva 4 hin. Eine Grenze zum Degulor M ist nicht wahrnehmbar (s. Abb. 9 im Bildanhang). Erst das geätzte Schliffbild zeigt an der Grenze Deva 4/Unilot 2 eine dunkle scharfe Abgrenzung, gefolgt

von einer helleren durchgehenden Zone. Das erstarrende Lot ist hier epitaktisch auf die dendritische Struktur des Deva 4 aufgewachsen. Epitaktisch bedeutet orientierte Anlagerung an den Dendriten. Diese Verbindung ist besonders fest. In der Lotmitte zeigen sich ähnliche Schwindungslunker, die die Verbindung schwächen, wie in den vorgenannten Lötungen. Die Verbindung des Lotes zum Degulor M hin ist tiefgehender. Das Lot ist interdendritisch ins Degulor M eingedrungen, was die zerklüftete Grenzlinie beweist. Sie belegt auch die dendritische Struktur des Degulor M, obwohl diese im Schliffbild nicht erkennbar ist (Abb. 10 im Bildanhang).

Das geätzte Schliffbild der Lötung Degubond 4/Degubond 4 mit Unilot 1 (Abb. 11 im Bildanhang) zeigt im Grundmetall eine homogene dendritische stark abgerundete Struktur mit Kristallisationskerndarstellung in den entsprechend angeschliffenen Ebenen. Das Lot ist in alle Unebenheiten des Spaltes eingeflossen. Beidseitig ist es aber von einer dunklen Trennungslinie vom Degubond 4 abgegrenzt. Der Lötspalt ist ca. 130 Mikrometer breit, in der Mitte durch zahlreiche Risse und Mikrolunker geschwächt. Das Lot zeigt ebenfalls dendritische Struktur, auch hier kann ein vereinzeltes epitaktisches Wachstum an den Grenzschichten angenommen werden.Die REM-Vergrößerung (Abb. 12 im Bildanhang) zeigt die ca. 5 bis 10 Mikrometer breite Diffusionszone Lot/Grundwerkstoff. Die dunkle Grenzlinie ist wahrscheinlich eine Oxidschicht, das Lot liegt jedoch in allen Unebenheiten. Grenzüberschreiten-

des Mischkristallwachstum hat nicht stattgefunden. In den interdendritischen Räumen des Degubond 4 sind eutektische Zonen erkennbar, die vermutlich aus Gold, Palladium und Silber bestehen. Die feinen Mikrolunker und -risse in der Lotmitte sind besonders deutlich in Abb. 13 zu erkennen. Die kontinuierlich sich an der Legierungsgrenze abzeichnende linienförmige Struktur im Lot spricht für das Entstehen einer neuen Elementvermischung aus Lot und Grundwerkstoff.

Die Lötung Degubond 4/Degulor M mit Unilot 2 (Abb. 14 und 15 im Bildanhang) läßt wie beim Deva 4/Degulor M einerseits eine klare Trennung zwischen Degubond 4 und Lot erkennen, andererseits ist die Trennung von Lot und Degulor M nur zu erahnen. Auch hier sind in der Lotmitte Lunker und Risse (Abb. 14). Der geätzte Schliff zeigt (Abb. 15) eine scharfe Trennung zwischen Degubond 4 und Lot, wenngleich Bestandteile des Lotes in das Degubond 4 diffundiert sein müssen, da in den farbigen Originaldiapositiven eine deutliche gelbe Einfärbung der silberfarbenen Legierung Degubond 4 zu erkennen ist. Die dendritische Struktur von Degulor M kann angenommen werden, da das Lot tief in die interdendritischen Spalten eingedrungen ist. Ein grenzüberschreitendes Kornwachstum kann angenommen werden. Deutlich sind Risse im Lot dargestellt, die in einen ca. 100 Mikrometer breiten Lunker einmünden (Abb. 15).

Lichtmikroskopisch stellt sich die Lötung Herador P/ Herador P mit Herador Lot 3 (Abb. 16) völlig anders als die

bisher beschriebenen Lötungen dar. Herador P, links und rechts im Bild, ist dendritisch aufgebaut und hell im Auflichtmikroskop. Dazu kontrastiert das dunkle ebenfalls dendritische Lot, das zudem durch einen dunklen Saum von der Grundlegierung abgetrennt ist. Diese Helligkeitsunterschiede lassen auf Artungleichheit vom Lot zur Legierung schließen. Im REM-Bild bei 1600facher Vergrößerung (Abb. 17) erkennt man oben im Bild das Lot, das zur Legierung hin erst einen hellen, dann einen dunkelgrauen, schließlich einen schwarzen Saum zeigt. Es handelt sich um Seigerungen in der etwa 5 Mikrometer breiten Grenzschicht, die eine Diffusion von Lot und Grundwerkstoff belegen. Die Konfiguration der grauen Linie über der schwarzen Abgrenzung spricht für ein epitaktisches Aufwachsen einer Lotphase auf die Grundlegierung Herador P. Nur vereinzelt kann ein tiefergehendes Eindringen des Lotes in die dendritsche Herador P-Struktur beobachtet werden. Im Ganzen liegt keine Reaktion des Lotes auf die Legierung vor. Die schwarze Trennungslinie zwischen Legierung und Lot könnte auch eine durch unterschiedliche Härten beider Werkstoffe bedingte Stufe sein, die beim Schleifen und Polieren entstanden ist. Besonders gut lassen sich diese Beobachtungen an der REM-Reihenaufnahme in Abb. 18 erkennen.

3.9. Lötungen von Deva 4 und Degubond 4 gegen Wironit

In Ergänzung zu den Lötungen von Deva 4 gegen Wironit (Kap. 3.7.9.) und Degubond 4 gegen Wironit (Kap. 3.7.13) wurden einige weitere Versuche mit dem für NEM-Legierungen geeigneten Lot L 750 von der Fa. Heraeus vorgenommen. Eine relevante Aussage ist jedoch nicht möglich, da für die Versuche nur jeweils eine oder zwei Lötproben zur Verfügung standen. Die Zugfestigkeitsergebnisse können insoweit nur Anregungen für weitere Untersuchungen sein, ebenso die mikroskopischen Betrachtungen.

3.9.1. Lötungen von Deva 4/Wironit mit Lot L 750 (Fa. Heraeus)

Dieses Legierungs-Lot-System wurde mit jeweils 2 Proben bei 810°C und 860°C im Ofen gelötet und außerdem mit 2 Proben unter Anwendung der Azetylen-Sauerstoff-Flamme.
Die Zugproben ergaben folgende Werte (Tab. 31):

			Zugfestigkeit
	Lötung	Probe	N/mm²
Deva 4/	810 °C	1	409
Wironit	810 °C	2	322
Lot	860 °C	1	52
L 750	860 °C	2	78
	A-S-Flamme	1	39
	A-S-Flamme	2	57

Tab. 31: Zugfestigkeit der Lötungen Deva 4/Wironit, Lot L 750

Die lichtmikroskopischen Betrachtungen der Probenquerschnitte der 810°C - Lötungen ergeben, daß das Lot in seiner Masse am Wironit haftet (Abb. 19) und nur zu einem geringen Teil in sehr dünner Schicht am Deva 4. Ob die bessere Haftung des Lotes am Wironit durch mechanische Verzahnung oder bessere Benetzung zustande kommt, kann nicht gesagt werden. Die Lö-

tungen zeigen mit 409 und 322 N/mm² jedoch höhere Werte als im Vorversuch.

Bei Betrachtung des Probenquerschnittes der 860°C-Lötungen im Auflichtmikroskop sieht man am Wironit nur einen geringen Teil anhaftendes, poröses Lot. Etwa zwei Drittel der Wironitoberfläche im Lötspalt ist mit einer grau-grünen Oxidschicht bedeckt und lotfrei. Auch die Deva 4-Oberfläche zeigt im Lötspalt nur lunkriges Lot von inhomogener Struktur. Die Zugfestigkeitswerte unterstreichen eine mangelhafte Lötung (Abb. 20).

Die mit der Flamme gelöteten Proben sehen makroskopisch den 860°C-Lötungen ähnlich, im Lotspalt sind jedoch noch porösere Anteile (Überhitzung?).

Mikroskopische Schliffbilder zeigen bei 200facher Vergrößerung einen gut ausgefüllten Lötspalt mit randständigem Lot und einigen Lunkern. Die Grenze Wironit/Lot ist klar erkennbar, die Schicht etwa 5 Mikrometer breit; eine gute mechanische Verzahnung ist anzunehmen. Der geätzte Schliff bestätigt das erste Bild, jedoch zeigt sich eine schärfere Trennung des Lotes zum Deva 4 hin, bedingt durch stärkeren Ätzangriff auf das Lot. Es scheinen einige Lotbestandteile ins Deva 4 diffundiert zu sein. Die Zugwerte mit 52 und 78 N/mm² sind jedoch relativ niedrig.

Die mit der Flamme gelöteten Proben zeigen (Abb. 23, 24) im

Wironit ein homogenes Gefüge, wenn auch blasig. Die scharfe Trennungslinie zum Lot hin läßt keine Diffusionsschicht erkennen. Abgesehen von einem Lunker im oberen Bildteil ist der Lötspalt gut gefüllt. Das Lot gegenüber dem Deva 4 ist ebenfalls scharf abgegrenzt; die interdendritischen Räume im Deva 4 sind von der Ätzung scharf angegriffen.

3.9.2. Lötungen von Degubond 4/Wironit mit Lot L 750 (Fa. Heraeus)

Bei diesem Legierungs-Lot-System wurden je eine Probe bei 810°C und 860°C im Ofen gelötet, für die Flammenlötung mit Azetylen-Sauerstoff-Gemisch standen drei Proben zur Verfügung.
Die Zugfestigkeitswerte sind in Tab. 32 wiedergegeben:

			Zugfestigkeit
	Lötung	Probe	N/mm²
Degubond 4/	810 °C	1	66
Wironit	860 °C	1	58
Lot L 750	Flamme	1	481
	Flamme	2	544
	Flamme	3	361

Tab. 32: Zugfestigkeit der Lötungen Degubond 4/Wironit, Lot L 750

Im Auflichtmikroskop betrachtet zeigt die 810°C-Lötung im Bereich des zerrissenen Lotes eine blasige, poröse Struktur; einige Teile des Lotes haften vollständig dem Degubond 4 an, die abgeformte Struktur der Wironitoberfläche ist im Lot zu erkennen. Zwei Drittel des Lotes sind in der Mitte gespalten und haften an beiden Gußlegierungen. Die Lötung macht den Eindruck, als sei das Lot nur angehaftet.

Die 860°C-Lötung mit ebenfalls ungenügenden Zugfestigkeitswerten vermittelt (Abb. 25) zusätzlich zum eben Beschriebenen noch den Eindruck, als sei in einigen Zonen zusätzlich eine Oxidbildung aufgetreten. Teile des Flußmittels (Oxynon) sind im Lot eingeschlossen, die Oberfläche des Lotes im Riß ist blasig und inhomogen. Am Rand des Löspaltes zeigen sich massive Oxidmengen, die wahrscheinlich vom Wironit ausgehen.

Die Flammenlötung mit hohen Zugfestigkeitswerten (481, 544 und 361 N/mm²) zeigt ein insgesamt homogeneres Bild der Lötflächen. Es sind etliche Lunker im Lot zu finden. Etwa zwei Drittel des Lotes haften am Degubond 4 und zeigen auch den Stempelabdruck der Wironitoberfläche (Abb. 26). Kleinere Oxynon-Einschlüsse sind zu erkennen. Insgesamt sind aber alle 3 Lötungen zugfest.

Erst im Schliffbild lassen sich zahlreiche Porositäten, vornehmlich im Wironit, erkennen. Wironit ist zum Lot hin scharf abgegrenzt, was besonders deutlich im geätzten

Schliffbild erkennbar wird. Ein dunkler Saum, vermutlich eine Oxidschicht, unterstreicht dies. Der Übergang Lot/ Degubond 4 ist erst an der geätzten Probe zu erkennen.Lot ist ca. 150 Mikrometer ins Degubond 4 eingedrungen (Abb. 27 und 28).

4. Diskussion

Um die Qualität von Lötungen nach dem keramischen Brand an den edelmetallreduzierten, für die Aufbrennkeramik geeigneten Dentallegierungen Deva 4, Degubond 4 und Herador P zu untersuchen, wurden Zugfestigkeitsprüfungen und metallographische Betrachtungen verschiedener Legierungs-Lot-Systeme vorgenommen. Die Herstellung der Prüfkörper wurde unter Befolgung der Herstellervorschriften mit den angegebenen Hilfsmitteln durchgeführt. Die Ofenlötungen orientierten sich ausschließlich an den Verarbeitungshinweisen. Verlötet wurden die nach DIN 50 125 gefertigten Prüfkörper nicht nur mit sich selbst, sondern auch gegen die hochgoldhaltige Legierung Degulor M und die NEM-Legierung Wironit.

Um Vergleichswerte zu den gelöteten Proben heranziehen zu können, wurden von allen fünf Legierungen 10er Serien unverlöteter Probekörper Zugfestigkeitsprüfungen unterzogen. Es zeigte sich, daß in der vorliegenden Arbeit die von den Herstellern angegebenen Werte nicht erreicht wurden. Die ermittelten Werte lagen zwischen 2% und 8% unter den Herstellerwerten. Es ist anzunehmen, daß der Grund hierfür an der Verarbeitung nach dem Gießen der Objekte zu suchen ist: Die Zugfestigkeitswerte der Hersteller gehen von ausgehärteten Gußkörpern aus, den ermittelten Proben liegen selbstvergütete Güsse zugrunde. Beim Selbstvergüten sollen ca. 90% der optimalen Endfestigkeit erreicht werden (1, 4, 15), zudem ist dieses Vorgehen praxisorientiert.

Um beim Löten den kapillaren Fülldruck des Spaltes auszunutzen, sollten die planparallelen, metallisch blanken Oberflächen der zu verlötenden Teile 0,05 - 0,20 mm voneinander entfernt sein. Dies wird von verschiedenen Autoren empfohlen (2, 17, 29). Dem folgend wurde der Lötspalt exakt auf den mittleren Wert von 0,10 mm Breite eingestellt und nach dem Einbetten der zu lötenden Teile noch einmal kontrolliert.

Die Vorversuche, die in Kap. 3.5.2. beschrieben sind, zeigten, daß die von den Legierungsherstellern angegebenen Löttemperaturen zu niedrig sind und sich keine festen Verbindungen ergeben. Nach Herstellung neuer Prüfkörper wurden die Ofentemperaturen um 50°C erhöht (5). Tabelle 14 in Kapitel 3.5.1. zeigt die für die Versuche angewendeten Temperaturen.
Nach dem Verlöten der Deva 4-Proben mit Unilot 1 zeigten die Zugfestigkeitsprüfungen erhebliche Streuungen, alle Werte lagen erheblich unter denen der unverlöteten Proben. Der Mittelwert von 349 N/mm² erreichte nur 50% der Zugfestigkeit der unverlöteten Proben. Von 10 Lötungen konnten nur 7 ausgewertet werden, da 3 bereits bei einer Belastung von ca. 60 N/mm² zerrissen. Da alle Risse im Lot lagen, und zwar nahezu in der Mitte, mußte hier der Schwachpunkt zu suchen sein. Die Betrachtung der Bruchflächen im Auflichtmikroskop konnte das bestätigen. Die geschliffene und geätzte Lötprobe zeigte im Auflicht- und Rasterelektronenmikroskop zwar gute Diffusionszonen von Lot und Legierung, in der Lotmitte jedoch zahlreiche Lunker und Risse. Da der Lötspalt gleichzei-

tig bis zu 0,20 mm erweitert war, sind diese Risse als Schwindungslunker anzusehen.

Dies wird bei folgender Betrachtung auch klar: Nach beendetem Lötvorgang wird das Objekt dem Ofen entnommen und kühlt an der Luft ab. Die heißere Zone befindet sich im Inneren des Lotes, da die Abkühlung von außen nach innen fortschreitet. Beim Abkühlen nimmt das Volumen der festen Phase des Metalles gegenüber der flüssigen ab. Das strukturell dichte kubisch-flächenzentrierte Gitter des Goldes erklärt das. Diese Volumenabnahme beim Erkalten kann nur aus dem Wärmezentrum mit flüssigem Lot nachgespeist werden. In der Folge entstehen Schwindungshohlräume. Von diesen Hohlräumen gehen bei mechanischer Belastung Risse aus, die schließlich zum Zerreißen der Probe in der Lotmitte führen.

Die Verbreiterung des Lötspaltes ist jedoch nicht durch die Loterstarrung zu erklären. Geht man davon aus, daß die thermische Expansion der Löteinbettmasse identisch mit der der Legierung ist, kann sich an der Dimension des Lötspaltes nichts ändern. Nur wenn sich die Einbettmasse stärker ausdehnt als das in ihr fixierte Metall, kommt es zu einer Vergrößerung des Lötspaltes. Die kolbenartig verdickten Enden des Prüfkörpers sind im Einbettmasseblock aufgehängt und werden gezogen, gegensinnig nach beiden Seiten. Kommt beim Abkühlen des Lötblockes noch ein schnelleres Erkalten der Legierung mit entsprechender "Kontraktion" hinzu, wird der Lötspalt vergrößert und das im Inneren des Spaltes noch flüs-

sige Lot auseinandergezogen. Die Folge sind Schwindungshohlräume, die eine Sollbruchstelle darstellen. In den vorliegenden Untersuchungen bedeutet dies, daß die Lötung an den Grenzschichten Legierung/Lot aufgrund der Diffusionsschicht, die im Rasterelektronenmikroskop nachgewiesen werden konnte, zwar gut ist, das Lot jedoch aufgrund der oben beschriebenen Vorgänge den Schwachpunkt der Lötung darstellt. Über die Festigkeit der Lötung (= Diffusionszone) kann nur wenig ausgesagt werden, wenn der Riß im Lot liegt. Untersuchungen über die thermischen Ausdehnungsverhalten von Einbettmassen und Dentallegierungen könnten weiteren Aufschluß geben. Die Ergebnisse von ZINKE (32), der die Lötung hochgoldhaltiger Legierungen für Metallkeramik untersucht hat, bestätigen diese Vorgänge.

Die Deva 4-Lötungen mit Unilot 2 zeigten im Mittelwert mit 421 N/mm² höhere Zugfestigkeitswerte als diejenigen mit Unilot 1, aber auch in dieser Serie streuen die Werte erheblich. Gute Lötungen kommen nicht immer zustande. 2 Proben dieser Serie zerrissen unter 30 N/mm². Ein Grund für die besseren Ergebnisse kann im um 60°C niedrigeren Soliduspunkt des Unilot 2 (760°C) gegenüber Unilot 1 liegen. Nimmt man an, daß der Bereich der unterschiedlichen thermischen Kontraktion von Einbettmasse und Legierung beim Erkalten des Lötblockes zwischen 800°C und 900°C liegt, so bleibt unterhalb von 800°C immer noch genügend flüssiges Lot am Rand des Lötspaltes, um in die Mitte nachzufließen und Schwindungslunker auszugleichen. Nach Aussagen der DEGUSSA (2) liegt

der Hauptbereich thermischer Expansion der Löteinbettmasse Deguvest L im Bereich von 500°C bis 600°C.

Deva 4 gegen Degulor M mit Unilot 2 verlötet ergibt mit 345 N/mm² einen fast identischen Wert in der mittleren Zugfestigkeit wie Deva 4/Deva 4 mit Unilot 1. Die Meßwerte der neun in die Auswertung einbezogenen Proben streuen extrem (von 181 bis 500 N/mm²), so daß die klinische Anwendung fragwürdig erscheint. Das geätzte Schliffbild zeigt ein tiefes interdendritisches Eindringen des Lotes in das Degulor M, zum Deva 4 hin jedoch nur eine schmale Zone epitaktischer Anlagerung an die Dendriten des Deva 4. Dieser epitaktische Kontakt ist so fest, daß der Riß der Lötung stets daneben stattfand. Dies zeigte sich in einem dünnen Film anhaftenden Lotes am Deva 4-Prüfkörper.

Das Unilot 1 ist bei den Lötungen der silberreichen Legierung Degubond 4 in alle Unebenheiten geflossen, die Diffusionszonenbreite beträgt 5 bis 10 Mikrometer. Eine Schwächung der Verbindung stellten hier die zahlreichen Mikrorisse und -lunker dar, möglicherweise aber auch eine SiO_2-Schicht im Grenzbereich. Mit einem Mittelwert von 465 N/mm² sind die Lötergebnisse befriedigend. Der Bruch der Lötungen trat in der Lotmitte auf, jeweils an einem Lunker beginnend.

Die Ergebniss der Lötungen von Degubond 4 mit Unilot 2 streuen von 297 bis 507 N/mm², der Mittelwert von 390 N/mm² ist nicht hoch. Eine klinische Anwendung scheint fraglich, zu-

mal im zahntechnischen Laboratorium nicht gleichartige Lötungen unter Idealbedingungen hergestellt werden.

Hohe Zugfestigkeitswerte mit einem Mittelwert von 464 N/mm² wiesen die Lötungen Degubond 4/Degulor M mit Unilot 2 auf. Zwei Proben rissen außerhalb der Lötstelle im Guß und wurden nicht gewertet, ebenso der niedrigste Wert von 188 N/mm². Alle Risse fanden sonst im Lot statt, zwei Proben rissen erst bei 537 und 550 N/mm² und müssen als sehr günstig bezeichnet werden (26). Das geätzte Schliffbild zeigt grenzüberschreitendes Kornwachstum mit einer ca. 300 Mikrometer breiten Diffusionszone Lot/Degulor M. Im farbigen Originalbild zeigt sich eine Gelbfärbung der ansich silberfarbenen Legierung Degubond 4 in einer Breite von ebenfalls 300 Mikrometer. Eine mögliche Erklärung wäre eine extrem poröse Gußzone im Prüfkörper, die in breiten interdendritischen Spalten ein sehr tiefes Eindringen des Lotes in den Grundwerkstoff erlauben.

Die Lötverbindungen von Herador P mit Herador Lot 3 streuen erheblich (von 244 bis 460 N/mm²) und weisen einen Mittelwert von 342 N/mm² auf. Im Schliffbild unter dem REM ist keine Reaktion des Lotes auf die dendritische Struktur des Herador P erkennbar. So entsteht der Eindruck einer Artungleichheit von Lot und Legierung. Die Ag-freie Legierung Herador P ist neben 47,4 Gew.-Prozent Gold reich an Palladium (42,98 Gew.-%), Indium (4,56 Gew.-%) und Zinn (2,63 Gew.-%). Gallium ist mit 2,0 Gew.-% vertreten (20). Die Oxidbildner

Indium und Zinn betragen mehr als 7 Gew.-Prozent. Möglicherweise ist das empfohlene Flußmittel Hera UL 99 nicht genügend oxidauflösend.

Ein wichtiger Faktor für die Qualität von Lötungen allgemein und für Ofenlötungen speziell ist die Temperaturführung. Einerseits wird ein dicht unter der zu verlötenden Legierung liegendes Lot-Schmelzintervall gefordert, damit eine gute Diffusion zwischen Lot und Legierung stattfindet (24, 29), andererseits soll die Löttemperatur niedrig gehalten werden, damit die Oxidbildung in der Lötnaht gering bleibt (2). Da zudem eine etwa 150°C betragende Temperaturdifferenz vom Schmelzpunkt der Legierung zur Brenntemperatur der keramischen Massen bestehen soll (9) und auch ein Mindestabstand von 50°C von der Brenntemperatur der Keramik zum Lot für das Nachherlöten, erhöht sich die Gesamt-Temperaturdifferenz vom Schmelzpunkt der Legierung zu der des Lotes auf ca. 300°C. Andererseits ist für das Ineinanderdiffundieren von Lot und Grundwerkstoff auch die Löslichkeit beider Legierungen ineinander entscheidend. Sie bezeichnet das Bestreben unterschiedlicher Metalle oder Legierungen, sich unabhängig vom Schmelzpunkt ineinander zu lösen. Kupfer mit einem Schmelzpunkt von 1083°C löst sich beispielsweise in der flüssigen Phase von Zink (Schmelzpunkt 419,4°C) bei etwa 500°C.

Ein besonderes Problem stellten die Lötungen von Deva 4 und Degubond 4 gegen Wironit dar. Das für diese Zwecke von der Firma Heraeus empfohlene Lot L 750, das ein Vorschwemmen von

Weißgoldlot auf die CrCoMo-Legierung überflüssig machen soll, vermochte die edelmetallreduzierten Legierungen nicht mit dem Wironit zu verbinden. Es kam keine Lötung nach dem keramischen Brand im Ofen bei 840°C zustande. Alle Lötungen zerbrachen beim Ausbetten oder leichten Belastungen in der Hand. Die ergänzenden Versuche, die bei unterschiedlichen Temperaturen im Ofen und auch mit der Azetylen-Sauerstoff-Flamme durchgeführt wurden, zeigten widersinnige Ergebnisse. So waren die Zugfestigkeiten von Deva 4/Wironit-Lötungen mit 409 und 322 N/mm² im Ofen bei 810°C erfolgreicher als bei 860°C und den Lötungen mit der Flamme (s. Kap. 3.9.1.). Die Degubond 4/Wironit-Lötungen hatten bessere Ergebnisse bei der Flammenlötung mit 481, 544 und 361 N/mm² (s. Kap. 3.9.2.).

Bei der Kombination edelmetallreduzierte Aufbrennlegierung/CrCoMo-Legierung scheinen gute Lötergebnisse breit zu streuen und Zufallsergebnisse zu sein. Weitere Untersuchungen könnten dies klären.

5. Klinische Schlußfolgerungen

Aufgrund der Ergebnisse der Zugfestigkeitsprüfungen und metallographischen Betrachtungen sind Ofenlötungen von edelmetallreduzierten aufbrennkeramischen Dentallegierungen nach dem keramischen Brand als unsicher zu bezeichnen. Gute Lötungen sind eher Zufallsergebnisse. Da bei klinischer Anwendung nicht testfähige Produkte hergestellt werden, sondern Einzelstücke, an denen die Lötqualität nicht geprüft werden kann, sollten Lötungen dieser Art nur in Ausnahmefällen angewendet werden.

Von Lötungen der Legierungen Deva 4 und Degubond 4 an CrCoMo-Legierungen mit vorschwemmfreiem Lot L 750 unter Befolgung von empfohlenen Arbeitstemperaturen ist abzuraten. Hier sollten weitere Untersuchungen folgen.

Da an den untersuchten Prüfkörpern nach dem Ofenlöten Dimensionsveränderungen im Sinne eine Verbreiterung der Lötnaht stattgefunden haben und darin der Grund für die streuenden Zugfestigkeitswerte zu suchen ist, sollten die Hersteller der Legierungen und Einbettmassen diese ggf. aufeinander abstimmen und auch die Verarbeitungshinweise entsprechend verbessern.

6. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurden Ofenlötungen der edelmetallreduzierten Legierungen für die Aufbrennkeramik Deva 4, Degubond 4 und Herador P untereinander, gegen die hochgoldhaltige Legierung Degulor M und die Nichtedelmetall-Legierung Wironit untersucht. Die Lötungen wurden unter Einhaltung der Hersteller-Verarbeitungshinweise durchgeführt.

Mit der Instron-Universalprüfmaschine 6025 wurden an 171 Prüfkörpern Zugfestigkeitsprüfungen durchgeführt, davon waren 121 Prüfkörper gelötet, 50 Originalstäbe zur Ermittlung von Vergleichswerten nicht geteilt und nicht gelötet.

Die Herstellung von Schliff- und Ätzpräparaten zur Betrachtung im Auflichtmikroskop und Rasterelektronenmikroskop erfolgte von 8 Lötsystemen.

Trotz größtmöglicher Sorgfalt und Schaffung gleichartiger Lötbedingungen streuen die Zugfestigkeitswerte von Lötungen breit und liegen durchweg unter den Werten ungelöteter Vergleichsproben. Die licht- und rasterelektronenmikroskopischen Betrachtungen belegen häufig eine gute Diffusion von Lot und Legierung ineinander, zeigen aber auch Dimensionsveränderungen des Lötspaltes im Sinne einer Vergrößerung. Zahlreiche Schwindungslunker in der Lotmitte schwächen die Verbindung, so daß die klinische Anwendung fragwürdig wird. Ein Sonderteil befaßt sich mit Lötungen gegen die Nichtedelmetallegierung Wironit.

7. Bildanhang

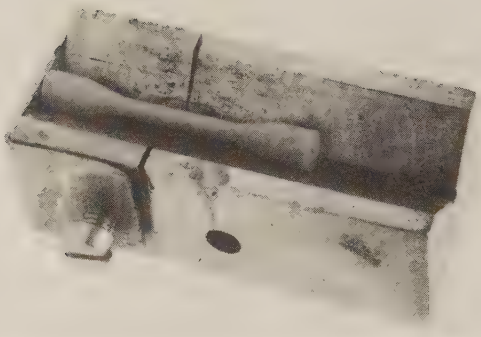


Abb. 2: Fixierschablone für Prüfkörper

Abb. 3: Fixierter, eingebetteter Prüfkörper mit Lötspalt

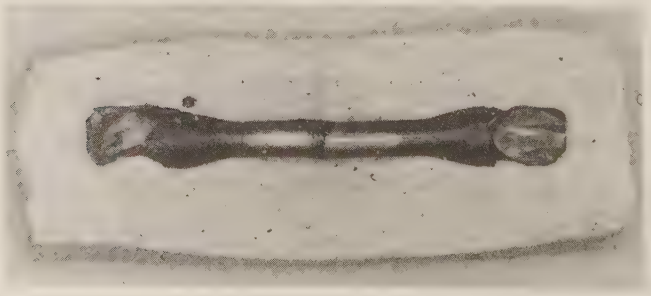


Abb. 4: Prüfkörper, gelötet

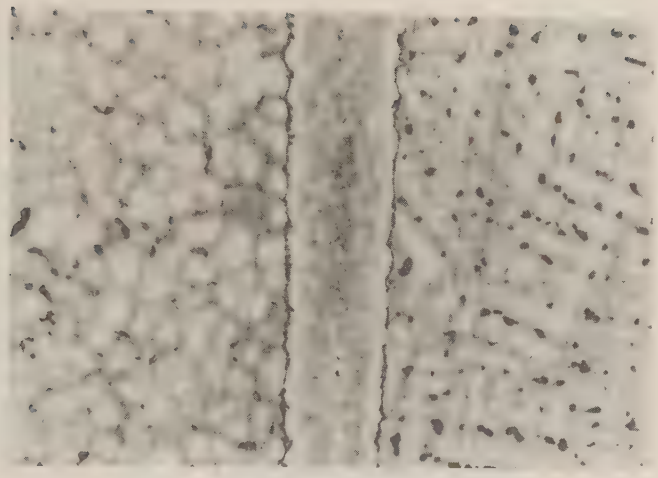


Abb. 6: Lötung Deva 4/Deva 4 mit Unilot 1 bei 910°C im Ofen geätzt 30 sec., lichtmikroskop. Originalvergrößerung 200 : 1

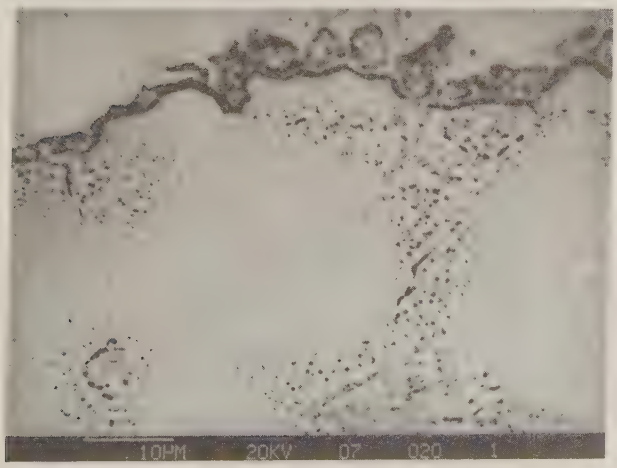


Abb. 7: Lötung Deva 4/Deva 4 mit Unilot 1 bei 910°C im Ofen geätzt 30 sec., REM-Originalvergrößerung 1650 : 1

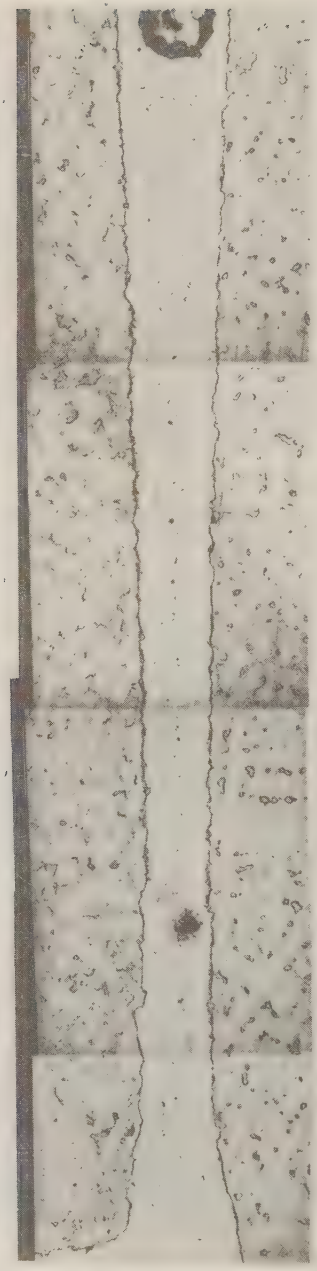


Abb. 8: Lötung Deva 4/Deva 4 mit Unilot 1 bei 910°C im Ofen, REM-Originalvergrößerung 220 : 1

Abb. 9: Lötung Deva 4/Degulor M (M) mit Unilot 2 bei 850°C im Ofen, lichtmikroskop.Originalvergrößerung 200:1

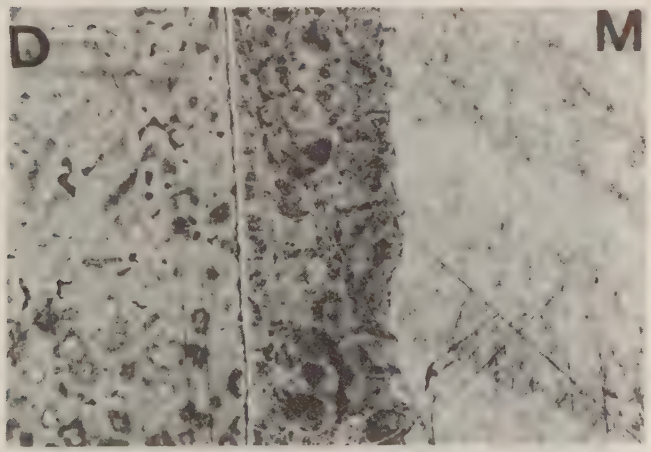


Abb. 10:Lötung Deva 4/Degulor M (M) mit Unilot 2 bei 850°C im Ofen, geätzt 30 sec., lichtmikroskop.Originalvergrößerung 200 : 1

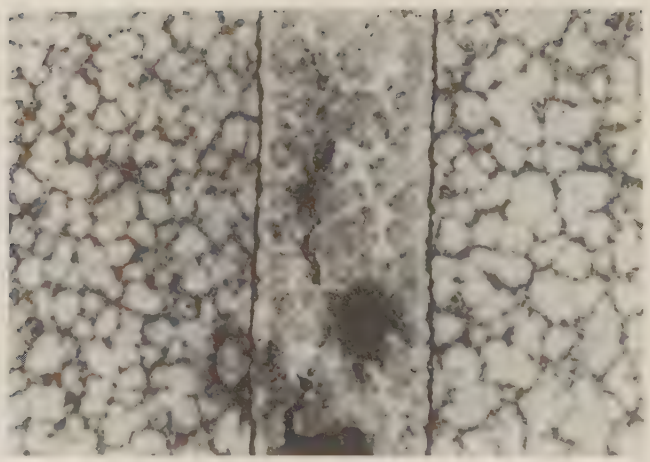


Abb. 11:Lötung Degubond 4/Degubond 4 bei 910°C im Ofen geätzt 20 sec., lichtmikroskopische Originalvergrößerung 200 : 1

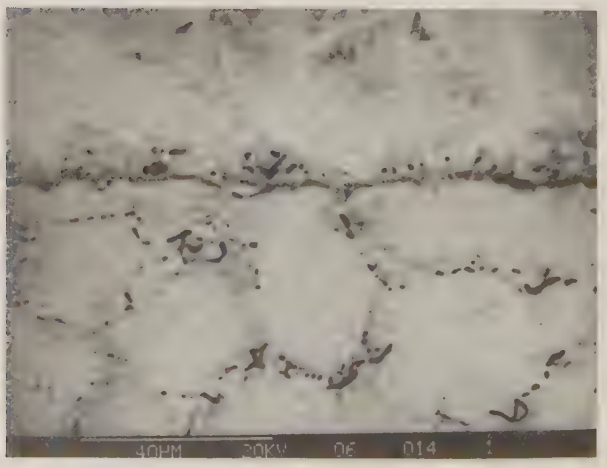


Abb. 12:Lötung Degubond 4/Degubond 4 bei 910°C im Ofen geätzt 20 sec., REM-Originalvergrößerung 900 : 1

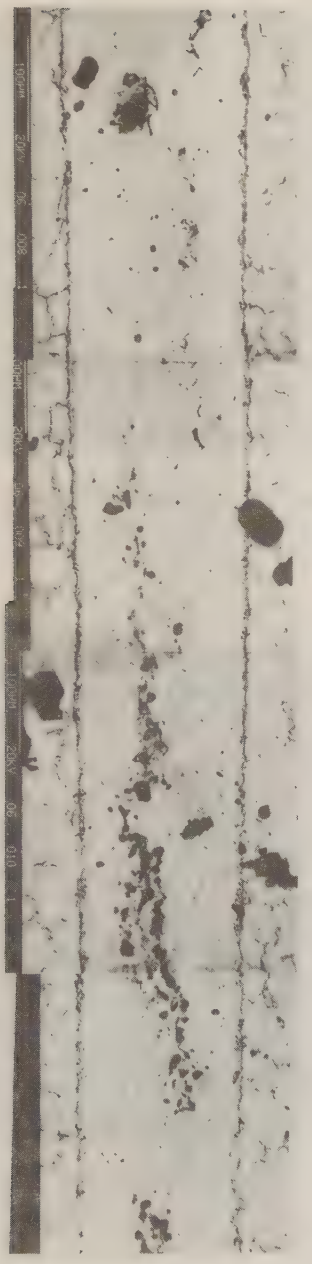


Abb. 13: Lötung Degubond 4/Degubond 4 mit Unilot 1 bei 910°C im Ofen, geätzt 20 sec., REM Originalvergrößerung 320 : 1

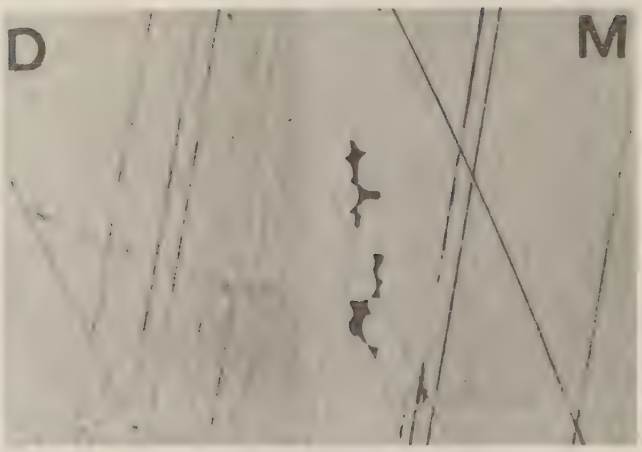


Abb. 14: Lötung Degubond 4/Degulor M (M) mit Unilot 2 bei 850°C im Ofen, lichtmikroskop. Originalvergrößerung 200 : 1

Abb. 15: Lötung Degubond 4/Degulor M (M) mit Unilot 2 bei 850°C im Ofen, geätzt 20 sec., lichtmikroskop. Originalvergrößerung 200 : 1

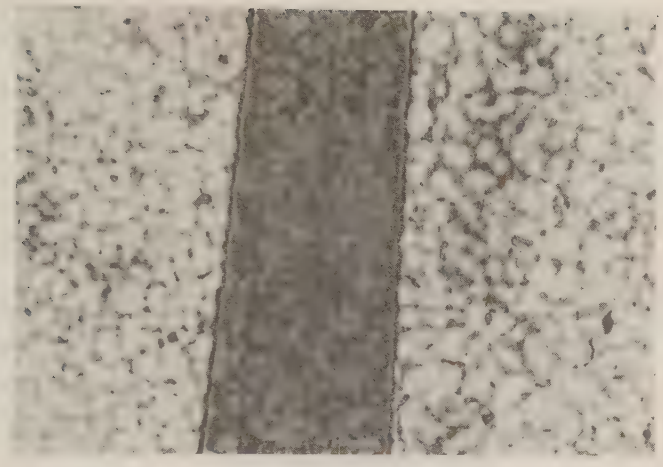


Abb. 16: Lötung Herador P/Herador P mit Herador Lot 3 bei 840°C im Ofen, geätzt 50 sec., lichtmikroskopische Originalvergrößerung 200 : 1

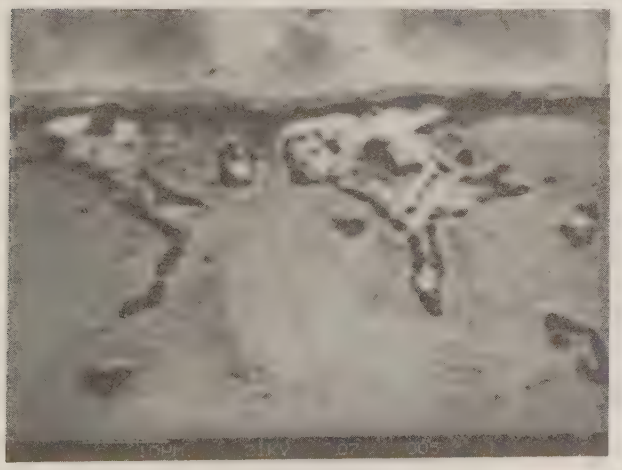


Abb. 17: Lötung Herador P/Herador P mit Herador Lot 3 bei 840°C im Ofen, geätzt 50 sec., REM-Originalvergrößerung 1600 : 1

Abb. 18: Lötung Herador P/Herador P mit Herador Lot 3 bei 840°C im Ofen, geätzt 50 sec., REM-Originalvergrößerung 240 : 1

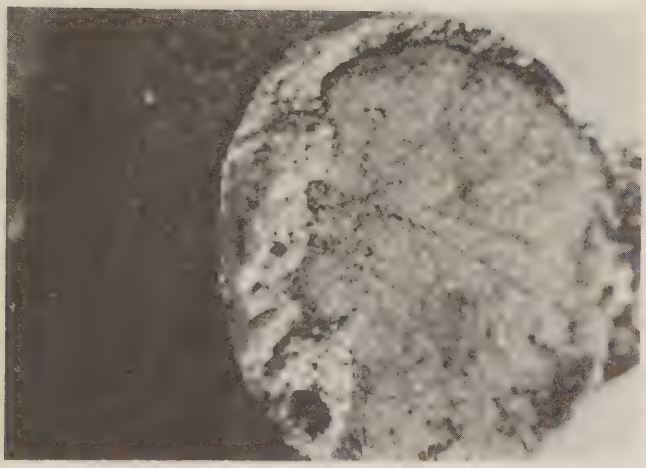


Abb. 19:Lötung Deva 4/Wironit mit Lot L 750 bei 810°C im Ofen, Wironit-Teil mit anhaftendem Lot

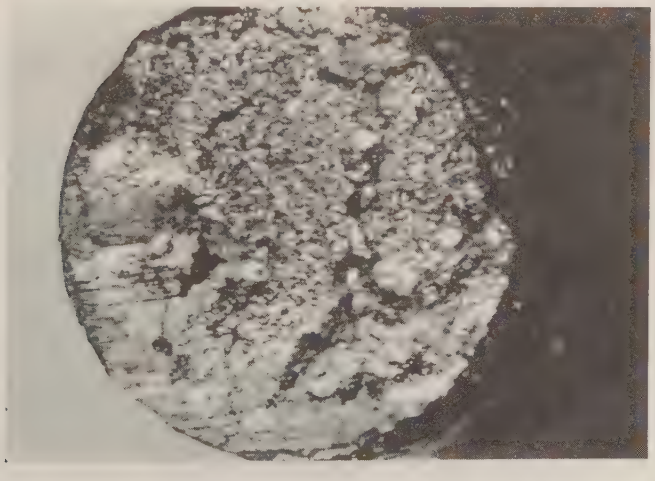


Abb. 20:Lötung Deva 4/Wironit mit Lot L 750 bei 860°C im Ofen, Deva 4-Teil mit Lot

Abb. 21:Lötung Deva 4/Wironit (W) bei 860°C im Ofen
Lot L 750, Originalvergrößerung 200 : 1

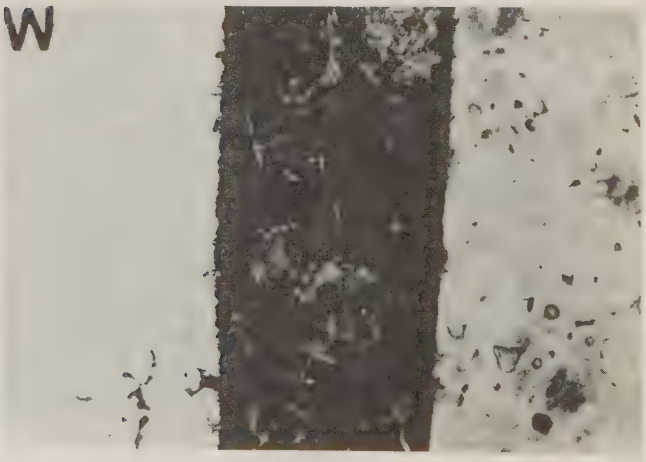


Abb. 22:Lötung Deva 4/Wironit (W) bei 860°C im Ofen
Lot L 750, 40 sec. geätzt,
Originalvergrößerung 200:1

Abb. 23:Lötung Deva 4/Wironit (W) mit der Flamme, Lot L 750
Originalvergrößerung 200 : 1

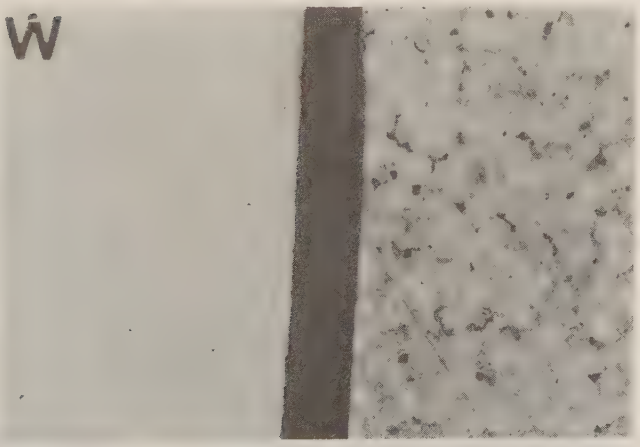


Abb. 24:Lötung Deva 4/Wironit (W) mit der Flamme, Lot L 750
geätzt 60 sec., Originalvergrößerung 200 : 1

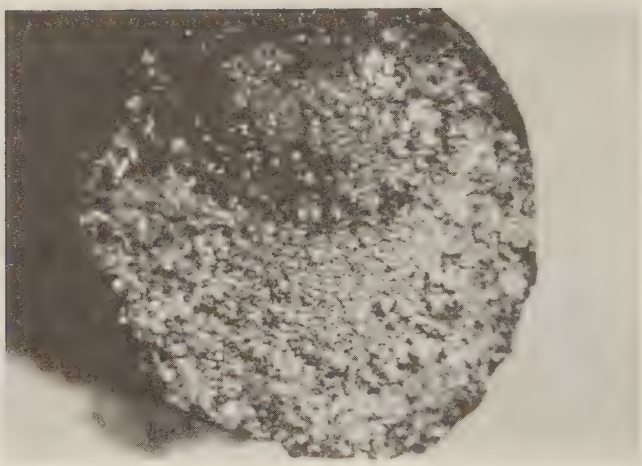


Abb. 25: Lötung Degubond 4/Wironit mit Lot L 750 bei 860°C im Ofen, Wironit-Teil mit Lot

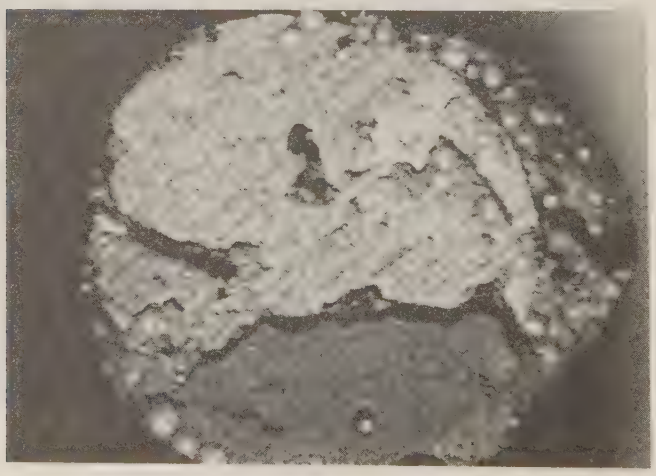


Abb. 26: Lötung Degubond 4/Wironit mit Lot L 750 mit Flamme Degubond 4-Teil mit Lot

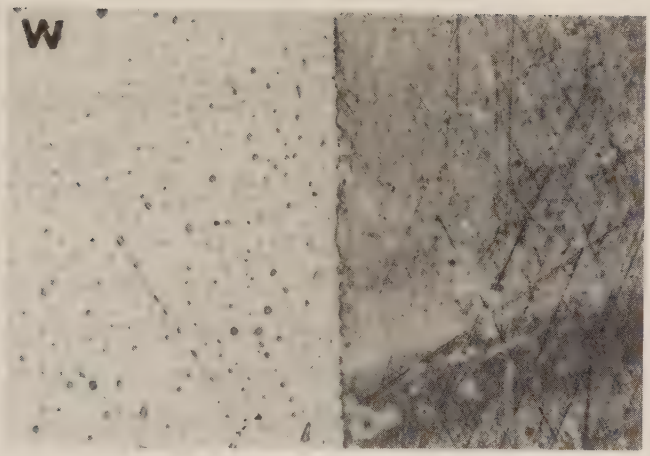


Abb. 27:Flammenlötung Degubond 4/Wironit (W), Lot L 750
Originalvergrößerung 200 : 1

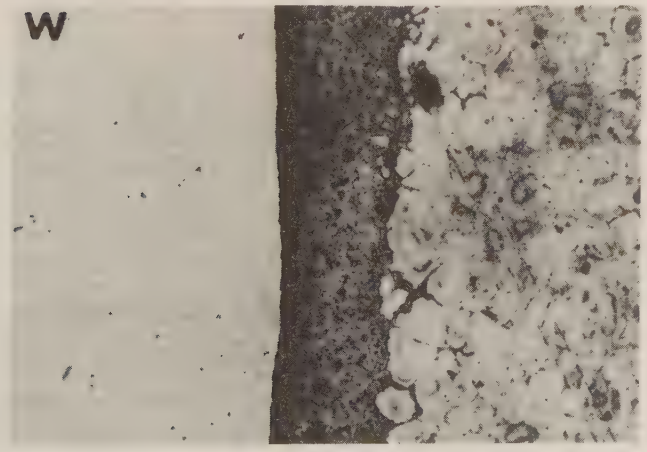


Abb. 28:Flammenlötung Degubond 4/Wironit (W), Lot L 750
60 sec.geätzt, Originalvergrößerung 200 : 1

8. Schrifttum

1. BREMER GOLDSCHLÄGEREI:
Werksangaben
Bego, 2800 Bremen

2. DEGUSSA-BRIEFE:
Nr. 34 (1962), Über das Löten
Nr. 36 (1964), Löten oder Angießen
Ein Vergleich der beiden Verbindungsverfahren
Nr. 40 (1969), Über den Einfluß von Löteinbettmassen auf die Paßgenauigkeit von Brücken
Nr. 42 (1972), Das Degussa-Präzisionsguß-System
Degussa, 6000 Frankfurt a. M.

3. DEGUSSA:
Technische Daten, Massengehalte
Degussa, Frankfurt a. M., Mai 1983

4. DEGUSSA:
Degussa-Aufbrennlegierungen
Leitfaden für die Verarbeitung
Degussa, Frankfurt a. M. (1983)

5. DEGUSSA:
persönl. Mitteilung
Degussa Büro Berlin (1984)

6. DIN 8505:
Löten, Teil 1
Beuth, Berlin-Köln 1979

7. DTV-Lexikon:
Deutscher Taschenbuch-Verlag, München 1976

8. EICHNER, K.:
Untersuchungen an Lötverbindungen von Edelmetall-, edelmetallreduzierten und Nichtedelmetall-Dentallegierungen
Dtsch. Zahnärztl. Z. 39, 817 - 820 (1984)

9. EICHNER, K. und von RADNOTH, M.S.:
Metallkeramik
in Eichner, K.
Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung
4. Auflg., Dr. Alfred Hüthig Verlag, Heidelberg 1981

10. ELBRECHT, H.-J.:
Chrom-Nickel-Stähle und Kobalt-Chrom-Legierungen
in Eichner, K.
Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung
4. Auflage, Dr. Alfred Hüthig Verlag, Heidelberg 1981

11. HEHRING, H.:
Einbettmassen
in Eichner, K.
Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung
4. Auflage, Dr. Alfred Hüthig Verlag, Heidelberg 1981

12. HERAEUS:
Verarbeitungsanleitung
Heraeus, Hanau, April 1982

13. HERAEUS:
Der paßgenaue Dentalguß
Heraeus, Hanau, April 1981

14. HERAEUS:
Löten
Heraeus, Hanau, 1983

15. HERAEUS:
Edelmetallreduzierte Aufbrennkeramik-Legierungen
Heraeus, Hanau, April 1982

16. HESSE, M.:
Vorbereitung zum Verlöten zahntechnischer
Präzisionsarbeiten
Quintessenz der Zahntechnik 10, 61 - 67 (1977)

17. HOFFMANN-AXTHELM:
Lexikon der Zahnmedizin
Verlag "Die Quintessenz" Berlin, 1974

18. KLAGGES, G.:
Untersuchungen von Lötverbindungen der Edelmetall-Legierung Degulor M und der Nichtedelmetall-Legierung Wironit
Med. Diss. FU Berlin, 1983

19. KLUGE, R.:
Zur Lötverbindung zwischen Edelmetallegierungen und Chrom-Kobalt-Legierungen
Zahntechnik 20, 142 - 143 (1979)

20. KOLLMANNSPERGER, P. und HELFMEIER, H.:
Zur Analyse von Edelmetall-Dentallegierungen
Dtsch. Zahnärztl. Z. 38, 1040-1045 (1983)

21. KOPPE-GRÜNDT, R.:
Untersuchungen von Lötungen an goldreduzierten Legierungen für metallkeramischen Zahnersatz
Med. Diss. FU Berlin, 1983

22. MARX, H.:
Untersuchungen über die Wiederverwendbarkeit dentaler Gold-Platin-Legierungen
Dtsch. Zahnärztl. Z. 28, 916 (1973)

23. MERZ, H.:
Metallkeramik mit Nichtedelmetallegierungen
Zahntechnik 25, 13 - 20 (1984)

24. PRSKAWETZ, J.:
Lote und Löten in der Zahntechnik
Zahntechnik 12, 216 (1971)

25. ROHLFING, G.:
Technische Möglichkeit für das Verlöten von Brücken
mit keramischen Schmelzmassen
Quintessenz der Zahntechnik 11, 33 - 34 (1979)

26. SCHIWIORA, H.:
NAWAZ, M.H.A.:
WAGNER, R.:
Das Löten-nach-dem-Brand von Ag-freien, EM-reduzierten
Dentalaufbrennlegierungen
Dtsch. Zahnärztl.Z. 40, 276-278 (1985)

27. STOFFEL, J.:
Spargoldlegierungen - Beobachtungen in der Praxis
Quintessenz 12, 2363 - 2367 (1984)

28. VITA:
pers. Mitteilung
Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, 1985

29. WAGNER, E.:
Edelmetalle
in Eichner, K.
Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung
4. Auflage, Dr. Alfred Hüthig Verlag, Heidelberg 1981

30. WIEGAND, H.:
Werkstoff-Konstruktion-Fertigung
2.7. Lote
Z. Werstofftech. 11, 223 (1980)

31. ZIMMERMANN, K. F.:
Hartlöten
Regeln für Konstruktion und Fertigung
Deutscher Verlag für Schweißtechnik (DVS) GmbH,
Düsseldorf 1968

32. ZINKE, A.:
Mikromorphologische Untersuchungen über Lötungen der Edelmetall-Aufbrennlegierung Degudent U
Med. Diss. FU Berlin, 1984

33. ZUKUNFT, D.:
Werkstoffe für Modellgußprothesen
Zahntechnik 14, 242 (1973)

9. Lebenslauf

Ich wurde am 16.01.1945 in Güstrow/ Mecklenburg als Sohn des Zahnarztes Dr. Helmut Tonndorf und seiner Ehefrau Helga, geb. Hoenig, geboren.

Aufgewachsen bin ich in Berlin, wo ich vom April 1951 bis März 1962 die Schule besuchte. Nach einer Buchdruckerlehre, die ich im März 1965 bestand, arbeitete ich zwei Jahre als Gehilfe, um dann im April 1967 mit dem Ingenieurstudium an der Staatlichen Akademie für Grafik, Druck und Werbung Berlin zu beginnen. Dies beendete ich im Februar 1970 mit der Abschlußprüfung zum graduierten Ingenieur.

Im Februar 1970 heiratete ich die Chemotechnikerin Sigrid Ludwig.

Im September 1971 wurde unser Sohn, im Juni 1983 unsere Tochter geboren.

Von 1970 bis 1976 arbeitete ich, in den letzten drei Jahren als Prokurist, in einer Berliner Werbeagentur.

Mit dem Studium der Zahnmedizin begann ich im April 1976 an der Freien Universität Berlin.

Im März 1977 legte ich die naturwissenschaftliche Vorprüfung, im Oktober 1978 die zahnärztliche Vorprüfung und im August 1981 die zahnärztliche Prüfung ab.

Seitdem arbeite ich an der Freien Universität Berlin als Wissenschaftlicher Mitarbeiter in der Abteilung für klinische Prothetik (Leiter Professor Dr. med. dent. Karl Eichner), Fachbereich für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde.

gez. Helmut Andreas Tonndorf

Herrn Professor Dr. med. dent. Karl Eichner danke ich an dieser Stelle besonders für die freundliche Überlassung des Themas und die großzügige Unterstützung meiner Arbeit.

Den Firmen Bremer Goldschlägerei, Degussa und Heraeus danke ich für die Bereitstellung der bearbeiteten Legierungen und ihren fachlichen Rat.

Ich danke den Mitarbeitern der Abteilung für zahnärztliche Werkstoffkunde des Fachbereiches Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde, insbesondere Herrn Priv.-Doz. Dr. Dermann für die Einweisung in die Bedienung der Instron-Univeral-Prüfmaschine. Ebenso danke ich Herrn Zahntechnikermeister Klose für seine Hilfsbereitschaft.

Herrn Professor Dr.- Ing. Winfried Reif vom Institut für Metallforschung der TU Berlin danke ich für seinen Rat bei der Interpretation der metallographischen Fotos.